



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**POTENCIAL DESMINERALIZANTE DE VÁRIAS ESTRATÉGIAS
ADESIVAS APÓS TERMOCICLAGEM**

Trabalho submetido por
Catarina Raquel Borrego Régio Lopes
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

setembro de 2019



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**POTENCIAL DESMINERALIZANTE DE VÁRIAS ESTRATÉGIAS
ADESIVAS APÓS TERMOCICLAGEM**

Trabalho submetido por
Catarina Raquel Borrego Régio Lopes
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutora Alexandra Pinto

e coorientado por
Mestre Inês Carpinteiro

setembro de 2019

Agradecimentos

À Prof. Doutora Alexandra Pinto, por todo o apoio ao longo da realização deste trabalho, por todas as sugestões que me deu e por todos os ensinamentos que me transmitiu ao longo dos três últimos anos de faculdade, desde o pré-clínico, altura em que a conheci, que a admiro. Obrigada também por todas as palavras de incentivo após cada avaliação dos tratamentos que realizava na clínica.

À Mestre Inês Carpinteiro, por toda a ajuda que demonstrou desde o início, altura em que ainda nada tinha sido aplicado nesta investigação e obrigada também pelo empenho em fazer mais e melhor.

À Prof. Doutora Ana Azul, que me transmitiu, talvez sem se aperceber, o gosto pela Especialidade de Dentisteria Operatória. Das aulas teóricas que mais gostei de assistir. Graças também a si, descobri como a Dentisteria me faz sentir realizada enquanto profissional.

Ao Prof. Luís Proença, pela ajuda, disponibilidade e paciência na realização do tratamento estatístico dos dados deste trabalho.

Ao Prof. Doutor Mário Polido, pela disponibilização do laboratório de biomateriais.

Às pessoas mais importantes da minha vida, mãe e mana, pela estabilidade, paciência e apoio que demonstraram ao longo deste meu percurso académico. Se assim não fosse, não conseguiria alcançar este meu grande objetivo.

À minha madrinha, pela ajuda na organização deste trabalho e pela disponibilidade que sempre demonstrou, hoje e sempre.

Ao meu grande amigo Bruno, por toda a amizade e equilíbrio transmitidos e por toda a ajuda na realização deste trabalho.

À minha grande referência como Médica Dentista, a Doutora Filipa Gaudêncio, por todo o carinho, por todas as palavras de apoio, por toda a tranquilidade que transmite e sobretudo por sempre confiar em mim.

À Ana Filipa Rosário por termos formado a nossa “grande” dupla (Box 67) e termos proporcionado mutuamente, um crescimento notório enquanto profissionais.

Aos amigos que não menciono detalhadamente, mas que sabem quem são, porque me acompanharam direta ou indiretamente neste percurso académico. Obrigada por estarem comigo.

Resumo

Objetivo: Avaliar a resistência adesiva à dentina, após termociclagem, sob diferentes protocolos adesivos.

Materiais e Métodos: 15 molares hígidos foram aleatoriamente distribuídos por três grupos e cada grupo foi tratado da seguinte forma: Grupo I OPTFL, OptibondTM FL (Kerr Corporation®) segundo as normas do fabricante (n=5); Grupo II OPTSE, OptibondTM FL (Kerr Corporation®) sem condicionamento prévio da dentina com ácido ortofosfórico (n=5) e Grupo III CLSE, ClearfilTM SE Bond 2 (Kuraray Dental®) segundo as indicações do fabricante (n=5). Após os cortes necessários no micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers, Ballerup, Dinamarca), os dentes foram restaurados com resina composta (FiltekTM Z250, cor A2) em incrementos de 2 mm até atingir altura de 6 mm. Os dentes foram depois seccionados em palitos de 1mm² e sujeitos a termociclagem. Os palitos de cada grupo foram individualmente submetidos a uma força de tração na máquina de testes Universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) a uma velocidade de 1mm/minuto, até ocorrer a sua fratura e registado o valor de resistência adesiva em MPa. O padrão de fratura foi analisado através de um estereomicroscópio (EMZ-8TR, Meiji Techno Co, Ltd, Saitama, Japan) numa ampliação de 20x. Os dados foram analisados pela ANOVA *two-way* e teste *Post-hoc* de Tukey que compara as médias por pares (p<0.05).

Resultados: Os valores médios mais elevados de resistência adesiva foram observados para os grupos CLSE (25,1 +/- 0,9 MPa) e para o OPTFL com aplicação prévia de ácido ortofosfórico (24,1 +/- 0,7 MPa). Os valores mais baixos verificam-se no grupo de OptibondTM FL sem aplicação prévia de ácido ortofosfórico (22,6 +/- 1,3 MPa).

Conclusão: A adesão à dentina deveria dispensar o passo isolado de aplicação de ácido ortofosfórico tal como é possível com os sistemas adesivos *self-etch*, porém se o sistema adesivo selecionado for o OptibondTM FL, este deverá ser utilizado seguindo as indicações do fabricante de forma a garantir a máxima *performance* deste adesivo.

Palavras-chave: Adesão, Dentina, Termociclagem, Microtração

Abstract

Purpose: To assess the bonding strength to dentin, after aging by thermocycling, under various bonding strategies.

Materials and Methods: 15 healthy molars were randomly distributed into three groups. Each group was treated as follows: Group I OPTFL, Optibond™ FL (Kerr Corporation®) according to manufacturer's standards (n=5); Group II OPTSE, Optibond™ FL (Kerr Corporation®) without previous dentin conditioning with orthophosphoric acid (n=5) and Group III CLSE, Clearfil™ SE Bond 2 (Kuraray Dental®) according to manufacturer's instructions (n = 5). After the necessary cuts in the hard tissue microtome Accutom-50 (Struers, Ballerup, Denmark) the teeth were restored with composite (Filtek Z250, colour A2) in 2 mm increments until it reaches 6mm height. The teeth were sectioned on 1mm² samples, being then submitted to a thermocycling aging treatment. The samples of each group were submitted to a tensile force in the Universal testing machine (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) at a 1 mm/ minute speed, until they fracture and then noted the adhesive strength value in Mpa. The fracture pattern was valued under a stereomicroscope (EMZ-8TR, Meiji Techno Co, Ltd, Saitama, Japan) in a 20x enlargement. The data were valued by ANOVA two-way and Tukey's post-hoc test that compares peer averages (p<0.05).

Results: The highest average adhesive strength values were observed for the groups CLSE (25,1 +/- 0,9 MPa) and OPTFL with orthophosphoric acid previous application (24,1 +/- 0,7 MPa). The lowest values were found in the Optibond™ FL group without orthophosphoric acid previous application (22,6 +/- 1,3 MPa).

Conclusion: Single adhesive strength to dentin should exempt the isolated orthophosphoric acid application step, as it is possible with self-etching adhesive systems. However, if the adhesive system selected is the Optibond™ FL, it should be used according to the manufacturer's instructions to ensure this adhesive maximum performance.

Key words: Adhesion, Dentine, Thermocycling, Microtensile.

Índice Geral

I.	INTRODUÇÃO	13
1.	Substratos dentários, sua composição e estrutura	13
2.	Adesão em Medicina Dentária	13
3.	Classificação dos sistemas adesivos	14
3.1	Sistemas adesivos <i>Etch-and-Rinse</i>	15
3.2	Sistemas adesivos <i>Self-etch</i>	17
3.3	Sistemas adesivos Universais	18
4.	A camada híbrida e ação das metaloproteinases	19
5.	Monómeros presentes nos sistemas adesivos	20
5.1	Monômero 10-MDP	20
5.2	Monômero GDPM	21
6.	Avaliação da resistência adesiva	21
6.1	Norma ISO/TS 11405:2015	21
6.2	Microtração	22
7.	Envelhecimento das amostras	23
8.	Enquadramento do estudo	24
II.	OBJETIVOS	26
1.	Hipóteses de Estudo	26
III.	MATERIAIS E MÉTODOS	28
1.	Amostra de Estudo	28
2.	Materiais utilizados	28
3.	Preparação das amostras	30
4.	Análise Estatística	38
IV.	RESULTADOS	40
1.	Exposição dos dados obtidos	40
2.	Análise da resistência adesiva (μ TBS)	40
3.	Análise do tipo de fratura obtido	43
V.	DISCUSSÃO	46
VI.	CONCLUSÃO	52
VII.	BIBLIOGRAFIA	54

Índice de Figuras

Figura 1 - Diagrama das diversas estratégias adesivas (adaptado de Sezinando, 2014)	15
Figura 2 - Estrutura molecular dos monómeros GDPM e 10-MDP (adaptado de Yoshiahara, 2018).....	21
Figura 3 - Micrótopo de tecidos duros - Accutom-50, Struers Ballerup, Dinamarca ...	30
Figura 4 - Polidora - LaboPol-4, Struers, Ballerup, Dinamarca	31
Figura 5 - Cortes iniciais dos dentes.....	31
Figura 6 - Protocolo de preparação dos grupos OPTFL e OPTSE.....	33
Figura 7 - Protocolo de preparação do grupo CLSE	34
Figura 8 - Medição da altura de resina composta com sonda graduada.....	35
Figura 9 - Palitos de dentina com resina aderida.....	35
Figura 10 - Termociclagem dos palitos de cada grupo.....	36
Figura 11 - Preparação dos palitos para o teste de microtração na máquina de teste universal, Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan.....	36
Figura 12 - Médias e desvios-padrão de cada grupo	42
Figura 13 - Percentagem de tipo de falhas	44

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Composição e características dos materiais utilizados.....	29
Tabela 2 - Preparação do Grupo I OPTFL	32
Tabela 3 - Preparação do Grupo II OPTSE	32
Tabela 4 - Preparação do Grupo III CLSE	33
Tabela 5 - Esquema representativo dos diferentes tipos de fratura	37
Tabela 6 - Representação das falhas pré-teste	40
Tabela 7 - Testes de normalidade para avaliação da distribuição normal das amostras por grupo.....	40
Tabela 8 - Testes de homogeneidade de Variâncias.....	41
Tabela 9 - Valores médios de resistência adesiva à microtração, após termociclagem e respectivos valores de desvio padrão	41
Tabela 10 - Efeito do fator sistema adesivo nas médias dos resultados	42
Tabela 11- Comparações múltiplas de valores de significância entre grupos.....	43
Tabela 12 - Percentagem de cada tipo de fraturas obtidas para cada grupo de estudo...	43

Lista de Abreviaturas

10-MDP – 10 - Metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato

MPa – Megapascal

μm – micrómetro

mm - milímetro

GPDM – Glicerol fosfato dimetacrilato

UDMA – Uretano dimetacrilato

HEMA – 2-hidroxietil metacrilato

MMP – Metaloproteinases da matriz

μTBS – Resistência adesiva

N – Newton

kN – QuiloNewton

Bis-GMA – Bisfenol -A- glicidil metacrilato

TEGDMA- trietilenoglicol dimetacrilato

I. INTRODUÇÃO

1. Substratos dentários, sua composição e estrutura

O esmalte é o tecido mais exterior do dente, cuja espessura máxima é aproximadamente 2mm, variando ao longo da coroa dentária. Este substrato é constituído por 96% de matéria mineral, predominantemente cristais de hidroxiapatite e 4% de matéria orgânica, como a água e proteínas do esmalte, que se situa entre os cristais de hidroxiapatite (Pallesen *et al.*, 2013; Kunin *et al.*, 2015).

A dentina por sua vez, é um tecido duro, embora de rigidez inferior ao esmalte, é um substrato que apresenta alguma elasticidade e não é vascularizado, formado por 70% de matéria inorgânica (hidroxiapatite), 18% de matéria orgânica, predominantemente fibras de colagénio tipo I e 12% de água. Apresenta múltiplos túbulos dentinários, preenchidos por fluído dentinário, que se estendem da polpa até à junção amelodentinária (Pashley *et al.*, 2011).

2. Adesão em Medicina Dentária

Segundo a *American Society for Testing and Materials*, a adesão é “o estado em que duas superfícies se mantêm juntas através de forças interfaciais que podem consistir em forças de valência ou de retenção ou das duas”. A união entre o material restaurador e o tecido dentário é conseguida por intermédio de um agente adesivo, normalmente de essência fluida e viscosa que polimeriza e transfere cargas de uma superfície para a outra (Perdigão, *et al.*, 2013).

Quando Buonocore condicionou o esmalte com ácido ortofosfórico, observou a criação de microporosidades que favoreciam a posterior infiltração de resina, originando a possibilidade de retenção mecânica do material ao substrato dentário (Buonocore, 1955). Experiência essa que serviu de base para o desenvolvimento da adesão na medicina dentária. No esmalte, dada a sua composição homogénea e maioritariamente mineral (hidroxiapatite), a etapa da adesão é mais fiável e previsível (Perdigão, *et al.*, 2013). Porém, a adesão à dentina sempre se mostrou desafiante, pois este substrato é constituído fundamentalmente por água e matéria orgânica, predominantemente colagénio tipo I, tornando a dentina um substrato hidrofílico, o que dificulta a adesão de uma resina composta hidrofóbica (Perdigão, *et al.*, 2013).

Também a morfologia do tecido dentinário é heterogênea, varia no interior do mesmo dente, varia com a idade e com a presença ou ausência de doenças e/ou traumas. Estas são outras características que tornam ainda mais complexa e imprevisível a adesão à dentina (Spencer, *et al.*, 2010; Breschi *et al.*, 2013).

3. Classificação dos sistemas adesivos

Os adesivos são combinações de monómeros hidrofílicos e hidrofóbicos, com diferentes pesos moleculares, solventes e iniciadores de polimerização, que criam o vínculo entre a resina composta e a estrutura dentária, após polimerização (Ayar, 2014).

A sua evolução tem demonstrado uma forte influência no conceito da dentisteria restauradora atual. Alternativamente aos métodos mecânicos e mais invasivos para retenção das restaurações, os sistemas adesivos possibilitam cavidades mais conservadoras. Com base na sua importância, os agentes adesivos têm sofrido melhorias progressivas na eficácia de ligação ao dente bem como no método de aplicação clínica (De Munck *et al.*, 2005).

Hoje em dia, os adesivos dentários podem ser aderidos ao substrato segundo duas estratégias adesivas: sistemas adesivos de condicionar e lavar (*etch-and-rinse*) e sistemas adesivos auto-condicionantes (*self-etch*) (Sezinando, 2014).

Podemos classificar os sistemas adesivos de acordo com dois critérios distintos. O primeiro, é a forma de interação do sistema adesivo com a *smear layer*, que é a camada de detritos de tecidos duros do dente, que se deposita na superfície dentária após o uso de instrumentos de corte, manuais ou mecanizados, durante a remoção do tecido dentário (Van Meerbeek *et al.*, 2011). Os sistemas adesivos que integram a camada de *smear layer* no processo de adesão, são considerados *self-etch* ou auto-condicionantes. Mas se por outro lado, a camada de *smear layer* é removida através da lavagem com água após o condicionamento com ácido ortofosfórico, então os sistemas adesivos são considerados *etch-and-rinse*. O segundo critério de classificação diz respeito à quantidade de passos clínicos necessários para a sua aplicação, isto é, os sistemas *etch-and-rinse* podem ser de três ou dois passos, enquanto que os *self-etch* podem ser de dois ou apenas um passo (Pashley *et al.*, 2011; Giannini *et al.*, 2015).

Mais recentemente surgiram os adesivos universais ou “multi-modo”, que podem ser aplicados segundo as duas filosofias adesivas, *etch-and-rinse* ou *self-etch*, adaptando o protocolo de adesão a cada situação clínica em específico (Drobac *et al.*, 2015).

Na figura 1 está representado o diagrama das diferentes estratégias adesivas.

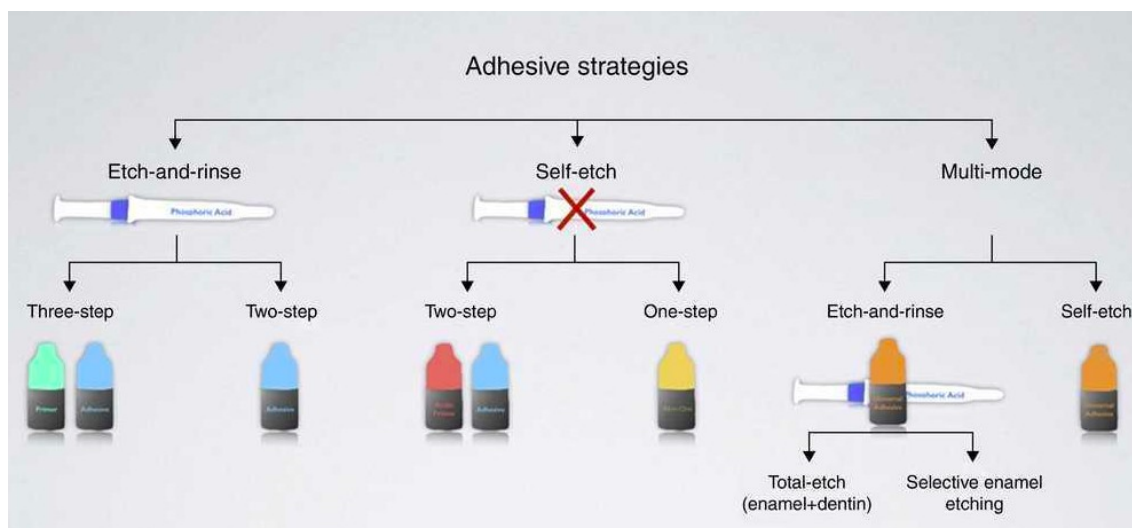


Figura 1 - Diagrama das diversas estratégias adesivas (adaptado de Sezinando, 2014)

3.1 Sistemas adesivos *Etch-and-Rinse*

Os sistemas adesivos *etch-and-rinse* obrigam à aplicação prévia de ácido ortofosfórico e sua lavagem com água, provocando a desmineralização do substrato dentário, criando consequentemente, microporosidades e a remoção da *smear layer*. Por este motivo, os monómeros resinosos impregnam facilmente nestas microporosidades (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Anusavice *et al.*, 2013).

Estes adesivos podem ser aplicados em dois ou três passos. O *gold standard* é a sequência de três passos que se inicia pelo condicionamento da superfície com ácido ortofosfórico (primeiro passo) durante não mais do que 15 segundos na dentina e não menos do que 15 segundos no esmalte, seguido de lavagem e secagem que leva à remoção da *smear layer*, desmineralização da camada mais superficial do substrato dentário e exposição das fibras de colagénio na dentina. Graças à aplicação do *primer* (segundo passo), a tensão superficial diminui (Lopes *et al.*, 2002) e aumenta a molhabilidade, de modo a facilitar a infiltração do adesivo hidrofóbico (terceiro passo) (Osorio *et al.*, 2010; Baygin *et al.*, 2012;).

A sequência de dois passos, também tem início com a aplicação de ácido ortofosfórico e a sua lavagem bem como a secagem da superfície, porém logo de seguida aplica-se num mesmo passo, uma única solução que contém monómeros hidrófilos e hidrofóbicos, atuando como *primer* e adesivo, em simultâneo (Coelho *et al.*, 2012).

O efeito do condicionamento ácido sobre a dentina provoca a remoção da *smear layer* e *smear plugs*, o que aumenta a permeabilidade da dentina e também desmineraliza a superfície da dentina intertubular expondo as fibras de colagénio. A dentina peritubular é também desmineralizada, o que provoca a abertura dos túbulos dentinários, permitindo a impregnação de monómeros resinosos no interior destes túbulos e maior estabilidade da camada híbrida (Perdigão, 2007; Coelho *et al.*, 2012).

O *primer* é uma solução com características hidrofílicas e hidrofóbicas e tem como objetivo molhar as fibras de colagénio evitando o seu colapso, afastar a água residual da superfície dentinária e transformar esta superfície muito hidrofílica numa superfície mais hidrofóbica (Coelho *et al.*, 2012). Como tal o *primer* é uma solução dissolvida em solventes orgânicos e contém monómeros anfipáticos, que possuem propriedades hidrofílicas para interagir com as fibras de colagénio e propriedades hidrofóbicas para permitir a impregnação e polimerização dos monómeros de resina que serão de seguida aplicados na superfície dentinária. O monómero mais comum é o 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), mas existem outros monómeros mais hidrofóbicos, tais como o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGMA), o bisfenol A glicidil metacrilato (Bis-GMA) e o uretano dimetacrilato (UDMA) (Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).

O HEMA é um monómero funcional que possui capacidades de difusão e penetração na dentina. A porção unipolar da molécula de metacrilato possui grande afinidade para os monómeros resinosos hidrofóbicos. Por outro lado, a sua porção hidrofílica demonstra a capacidade de se ligar à superfície de dentina humedecida (Nakaoky *et al.*, 2000; Van Landuyt *et al.*, 2007)

Após a aplicação do *primer*, segue-se o passo de aplicação do adesivo, também denominado de resina adesiva ou *bond* e que é maioritariamente formada por monómeros resinosos hidrofóbicos que penetram nos espaços existentes entre as fibras de colagénio, onde copolimeriza com o *primer*, originando a camada híbrida e desta forma promove o selamento dos túbulos dentinários, dando origem aos *tags* de resina, e por outro lado, vai estabelecer ligação química com a resina composta a aplicar de seguida (Van Landuyt *et al.*, 2007; Van Meerbeek *et al.*, 2011).

Em alguns sistemas, o adesivo também pode incorporar monómeros hidrofílicos tais como o HEMA, de forma a facilitar a sua difusão no substrato. Porém, como a incorporação de monómeros hidrofílicos causava o aumento da permeabilidade da camada híbrida, estes têm vindo a ser substituídos por outros monómeros com carácter mais hidrofóbico que apresentam um maior peso molecular e uma maior viscosidade,

quando comparados com os hidrofílicos e são eles o Bis-GMA, que é o monómero mais frequentemente utilizado, o TEGMA, o UDMA, o PENTA, entre outros (Van Landuyt *et al.*, 2007) .

Na dentina, a adesão é muito mais desafiante devido à sua composição e a estratégia *etch-and-rinse* torna-se bastante sensível neste este substrato (Perdigão, 2002; Peumans *et al.*, 2005). Após o condicionamento dentinário, cerca de 50% de volume mineral é dissolvido e substituído por água que emerge até à superfície da dentina e evita o colapso das fibras de colagénio desmineralizadas (Pashley *et al.*, 2011). Assim sendo, após a lavagem do ácido ortofosfórico, a dentina não deve ser muito secada de forma a evitar o colapso das fibras de colagénio, o que levaria a um bloqueio da infiltração do *primer* e do adesivo (Kanca, 1992). Caso o colapso das fibras de colagénio ocorra, passa a ser um substrato desfavorável à aplicação dos monómeros resinosos e tanto a energia de superfície quanto a molhabilidade diminuem. Estas são duas propriedades importantes na adesão sendo a primeira a força de atração atômica entre as moléculas, que existe à superfície do material direcionada para o seu interior (Olivi & Olivi, 2015) e a segunda reporta a capacidade de um líquido formar uma interface sobre uma superfície sólida, medida pelo ângulo de contato (Von Fraunhofer, 2012).

3.2 Sistemas adesivos *Self-etch*

Os sistemas adesivos *self-etch* dispensam a aplicação isolada de ácido na superfície dentária e sua lavagem com água, reduzindo assim o número de passos clínicos necessários (Giannini *et al.*, 2015).

Estes adesivos podem ser aplicados em dois passos ou em apenas um passo. A sequência de dois passos inclui o condicionamento do substrato dentário com um *primer* ácido seguido da aplicação da resina adesiva hidrofóbica que deve ser polimerizada (Sezinando, 2014). Já os adesivos *all-in-one* são aplicados em apenas um passo, pois o *primer* ácido e a resina adesiva apresentam-se todos juntos numa solução autocondicionante levando ao condicionamento do substrato ao mesmo tempo que ocorre infiltração dos monómeros resinosos (Sezinando, 2014).

A superfície do substrato dentário não é condicionada com ácido ortofosfórico, mas ocorre a formação de microporosidades fundamentais para a adesão graças à aplicação do *primer* ácido (Erickson, Barkmeier & Latta, 2009). Este *primer* ácido

não provoca uma desmineralização tão profunda como a que se verifica com o ácido ortofosfórico e como tal, verifica-se uma resistência adesiva inferior quando aplicado no esmalte (Perdigão & Geraldini, 2003). Desta forma, torna-se recomendável a aplicação de ácido ortofosfórico seletivo na superfície do esmalte para promover o aumento da resistência adesiva a este substrato (Sezinando, 2014).

Estes sistemas adesivos apresentam uma natureza química muito hidrofílica porque possuem grande quantidade de água como solvente mas também porque contêm maior quantidade de monómeros hidrofílicos quando comparados com os sistemas adesivos *etch-and-rinse* (Moszner *et al.*, 2005). O elevado teor em água e característica hidrofílica, tornam estes adesivos menos sensíveis à presença de humidade, porém, também os tornam mais suscetíveis à degradação hidrolítica da camada híbrida com consequente perda de resistência adesiva (Sezinando, 2014).

3.3 Sistemas adesivos Universais

Os sistemas adesivos universais, também considerados “multi-modo” são os mais simplificados, versáteis e apresentam-se numa só solução que contém o *primer* ácido e o adesivo e podem ser usados segundo a estratégia adesiva *etch-and-rinse* ou *self-etch*. Além disso, os fabricantes também recomendam a aplicação alternativa de condicionamento seletivo do esmalte (Perdigão & Loguercio, 2014; Sezinando, 2014). Estes sistemas adesivos apresentam características hidrofílicas de modo a permitir a sua interação com o substrato dentinário, mas também características hidrofóbicas para impedir a infiltração de água posterior à polimerização. No entanto, e de forma a manter a sua capacidade de atuar como *self-etch*, estes sistemas adesivos apresentam na sua constituição uma grande percentagem de água, o que potencia a hidrólise e degradação da interface adesiva (Perdigão & Loguercio, 2014).

Os sistemas adesivos universais incorporam o monómero 10-MDP (metacriloiloxidecil di-hidrogenofosfato), que se liga quimicamente aos iões cálcio presente nos minerais de hidroxiapatite e que poderá ser o responsável pelo sucesso clínico deste tipo de adesivos (Perdigão & Loguercio, 2014). Contudo, o condicionamento ácido da dentina, remove iões de cálcio, deixando uma espessura de 2 a 5 µm de fibras de colagénio desmineralizadas (Perdigão & Loguercio, 2014). Sobre a dentina, estes sistemas adesivos revelam melhores resultados em termos de adesão quando aplicados como um *self-etch*, uma vez que é vantajoso que se mantenha uma

quantidade de minerais de hidroxiapatite para a interação química com este adesivo (Perdigão *et al.*, 2014; Sezinando, 2014).

4. A camada híbrida e ação das metaloproteinases

A camada híbrida que se forma durante o processo de adesão, pode imprevisivelmente sofrer degradação ao longo do tempo. O mecanismo de deterioração dos componentes da interface adesiva ainda não é totalmente conhecido, mas estudos demonstram que este processo envolve o substrato dentinário, que é afetado de forma negativa pela hidrólise das fibras de colagénio resultante da absorção de água pelos túbulos dentinários (degradação hidrolítica) provocando desta forma alterações estruturais e baixas resistências adesivas, mas também devido à degradação enzimática da dentina (Armstrong *et al.*, 2004; Carvalho *et al.*, 2013).

A dentina é constituída por tecido mineralizado envolvido por matriz extracelular que é composta por colagénio do tipo I e proteínas não colagenosas como as metaloproteinases da matriz (MMPs) (Talungchit *et al.*, 2009; Zhang *et al.*, 2009) que são produzidas pelos odontoblastos durante a formação da matriz e aí permanecem retidas e inativas após a calcificação dentinária (Zhang *et al.*, 2009; Zhou *et al.*, 2011). No entanto, em situações de variação de pH, as MMPs são ativadas e tornam-se capazes de degradar a rede de colagénio exposto (Carrilho *et al.*, 2009; Breschi *et al.*, 2010; Strobel *et al.*, 2015). Como tal, a ação dos condicionadores ácidos no substrato dentinário para aplicação de sistemas adesivos, seja nos sistemas *etch-and-rinse* ou *self-etch*, acidifica o meio e pode ativar as MMPs que são o principal fator de degradação de colagénio (Zhang *et al.*, 2009; Osorio *et al.*, 2011; Zhou *et al.*, 2011; Imbery *et al.*, 2012).

Mesmo após o uso de sistemas adesivos, as MMPs ativadas são capazes de degradar a matriz de colagénio da dentina desmineralizada. Durante o processo de condicionamento ácido, a remoção do conteúdo mineral da superfície da dentina, acaba por expor fibras de colagénio superficiais e também provoca a libertação de proteases retidas na matriz dentinária, como as MMPs (Azevedo *et al.*, 2010) que têm a capacidade de hidrolisar o colagénio não protegido pelo sistema adesivo no interior da camada híbrida (Hebling *et al.*, 2005), levando à falha na adesividade com redução da resistência de adesão entre a restauração adesiva e a dentina (De Munk *et al.*, 2003). Portanto, esta degradação é um fator de risco à integridade da interface dente/restauração (Breschi *et al.*, 2010; Carrilho *et al.*, 2009; Nishitani *et al.*, 2006; Mazzoni *et al.*, 2006).

Segundo Carvalho e colaboradores, a ação das MMPs assume maior efeito ao nível dos sistemas adesivos *etch-and-rinse* uma vez que estes provocam zonas de desmineralização mais profundas por ação do ácido ortofosfórico, o que pode condicionar a penetração dos monómeros resinosos em toda a superfície desmineralizada, levando mais facilmente à exposição de colagénio não protegido com sistema adesivo e desta forma mais suscetível à degradação enzimática (Carvalho *et al.*, 2013).

5. Monómeros presentes nos sistemas adesivos

Hoje em dia, os sistemas adesivos contêm monómeros funcionais que apresentam variadíssimas funções, entre elas, a mais vantajosa é permitir o aumento das forças de adesão e a melhoria das propriedades químicas e físicas dos sistemas adesivos *self-etch* (Feitosa *et al.*, 2014a; Yoshida *et al.*, 2000).

5.1 Monómero 10-MDP

A adesão ao esmalte tem por base a penetração do adesivo nas microporosidades obtidas após o efeito do condicionamento ácido sobre esse substrato, todavia a adesão à dentina fundamenta-se na impregnação dos monómeros resinosos nos túbulos dentinários e entre as fibras de colagénio originando respetivamente, os *tags* de resina e a camada híbrida. Em ambas as situações, ocorre adesão baseada na retenção micromecânica (Carvalho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2008; Langer *et al.*, 2013; Turp *et al.*, 2013). Com o objetivo de melhorar as forças de resistência adesiva dos sistemas adesivos *self-etch* e com isso melhorar a qualidade e longevidade da adesão, foi associada a adesão química à adesão micromecânica já conseguida pelos sistemas adesivos *etch-and-rinse* (Yoshida *et al.*, 2012; Yoshida *et al.*, 2000; Turp *et al.*, 2013). Com base nessa filosofia, foi desenvolvido pela Kuraray (Okayama, Japão) o monómero 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP) (Pashley *et al.*, 2011; Fukegawa *et al.*, 2006; Matsui *et al.*, 2015; Yoshida *et al.*, 2000; Turp *et al.*, 2013).

O monómero 10-MDP apresenta um grupo de metacrilato que interage com os monómeros resinosos do adesivo e um grupo ácido que permite interagir com os iões de cálcio da hidroxiapatite do esmalte e dentina, formando uma ligação muito estável (Fukegawa *et al.*, 2006; Kim *et al.*, 2015), proporcionando mais estabilidade e longevidade à interface adesiva (Yoshida *et al.*, 2004).

5.2 Monômero GDPM

O monômero glicerol fosfato dimetacrilato (GDPM) é utilizado em adesivos *etch-and-rinse*, como é o caso do *gold standard* OptibondTM FL (Kerr, Orange, CA, EUA). Este monômero apresenta um grupo funcional ácido que interage com o cálcio da hidroxiapatite, formando sais de GDPM-Cálcio e dois grupos metacrilato polimerizáveis que interagem com os outros monômeros (Yoshihara *et al.*, 2018).

O monômero GDPM é capaz de penetrar no substrato dentinário desmineralizado e os excelentes dados laboratoriais e clínicos relatados para o adesivo OptibondTM FL devem ser atribuídos à eficiente penetração do GDPM no colagénio. Além disso, o monômero GDPM tem a capacidade de criar uma rede polimérica forte porque apresenta dois grupos de metacrilato (figura 2) e desta forma polimeriza com mais eficiência com outros monômeros (Yoshihara *et al.*, 2018).

Yoshihara e seus colaboradores em 2018, concluíram através da sua investigação que o sistema adesivo com *primer* à base de GDPM levou à formação de uma camada híbrida espessa com o colagénio desmineralizado.

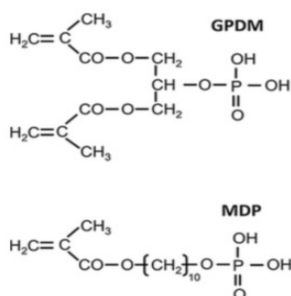


Figura 2 - Estrutura molecular dos monômeros GDPM e 10-MDP (adaptado de Yoshihara, 2018)

6. Avaliação da resistência adesiva

6.1 Norma ISO/TS 11405:2015

A norma ISO/TS 11405:2015, orienta e formata os testes de adesão entre a estrutura dentária e o material restaurador. Esta fornece instruções sobre a seleção do

substrato, armazenamento das amostras, seu manuseamento bem como informações necessárias acerca dos testes de resistência adesiva existentes, de modo a garantir um padrão *standard* de fiabilidade e qualidade.

6.2 Microtração

Sano *et al.*, em 1994 desenvolveram testes de microtração, que são os mais utilizados na quantificação da resistência adesiva por serem os mais fiáveis, quando comparados com os testes de macrotração (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Sirisha *et al.*, 2014a). Os testes de macrotração de resistência adesiva traduziram-se em falhas coesivas e em valores de resistência adesiva superestimados. Dessa forma, foram substituídos pelos testes de microtração, uma vez que amostras de dimensões menores apresentam uma probabilidade de defeitos mais reduzida, tendo em conta que a distribuição da tensão é feita de forma mais uniforme, permitindo assim uma avaliação mais correta das forças reais (Bonifácio *et al.*, 2012; Sirisha *et al.*, 2014b).

De acordo com a norma ISO/TS 11405:2015, a resistência adesiva é a força necessária em MegaPascal (MPa), por unidade de área, para romper a união adesiva, levando à formação de uma falha (Cardoso *et al.*, 2011). A resistência adesiva é calculada através da divisão da força de tensão aplicada no momento de fratura em Newton (N) pelo valor da área transversal da interface adesiva em milímetros quadrados (mm^2) (Armstrong *et al.*, 2010; Sirisha *et al.*, 2014a).

A área a testar, por *jig* metálico, é aproximadamente 1mm^2 pelo que a amostra testada não é o dente inteiro, mas sim secções de um dente (palitos) (Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Os palitos são então colados em *jigs* metálicos para serem sujeitos a forças de tração a uma velocidade constante de 0,5-1 mm/min, até ocorrer a sua fratura, registando-se o valor da força que levou à fratura, através do qual se calcula a resistência adesiva (μTBS) (Armstrong *et al.*, 2017).

São várias as vantagens associadas aos testes de microtração, tais como a possibilidade de escolher o substrato do dente a estudar, a obtenção de um grande número de espécimes a partir de um só dente, melhor distribuição do stress durante a aplicação

da força de tração devido à reduzida dimensão do espécime e a fácil análise do tipo de fratura ocorrida (Armstrong *et al.*, 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Por sua vez, as desvantagens dos testes de microtração surgem devido à sua elevada complexidade e tempo de trabalho exigidos para obter os espécimes com forma geometricamente consistente, a probabilidade da sua desidratação e fratura, e também a dificuldade de medição de baixos valores de resistências adesivas (<5 MPa) (Armstrong *et al.*, 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

7. Envelhecimento das amostras

Com o decorrer do tempo de permanência das restaurações adesivas na cavidade oral, sujeitas à ação de vários fatores sobretudo térmicos e químicos, ocorre a degradação dos componentes hidrofílicos da resina composta e das fibras de colagénio, levando consequentemente à destruição da camada híbrida e redução das forças de adesão (Tjäderhane *et al.*, 2013). A *performance* das restaurações adesivas é grandemente influenciada pela sua resistência à degradação, daí um dos propósitos da dentisteria restauradora atual ser não só um melhor desempenho clínico, mas também tornar a interface entre a resina e o dente mais resistente ao envelhecimento (Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Com o objetivo de mimetizar as condições presentes na cavidade oral, foram desenvolvidos vários métodos que levam à simulação do envelhecimento artificial das amostras, tais como o armazenamento em saliva artificial, em água destilada ou em hipoclorito de sódio, a termociclagem, a ação enzimática, os testes mecânicos, alterações de pH, soluções simuladoras de alimentos, entre outros. No entanto, as técnicas de envelhecimento mais utilizadas são a termociclagem e o armazenamento em água destilada (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Sirisha *et al.*, 2014b).

O envelhecimento das amostras permite simular e prever algumas condições clínicas da cavidade oral bem como a durabilidade da interface adesiva (Toledano *et al.*, 2007). Os sistemas *self-etch* têm a capacidade de, através do seu primer ácido, desmineralizar o substrato dentinário e a simultânea penetração dos monómeros resinosos. Porém, alguns autores referem a incompleta impregnação da resina adesiva e a presença de água na interface adesiva em amostras armazenadas em estufa ao longo de um ano (Colucci *et al.*, 2007). Daqui é perceptível a importância dos testes a longo prazo, tal como os testes de termociclagem e armazenamento a seis meses. A termociclagem é muito utilizada no

estudo de materiais dentários bem como nos ensaios de resistência a forças desses mesmos materiais (Cenci *et al.*, 2008). A fadiga térmica é um acontecimento natural, muitas vezes testado *in vitro* através do procedimento de termociclagem, sujeitando os materiais dentários a uma grande variação de temperatura e com isso ocorre a contração e expansão da interface dente/resina (Mitsui *et al.*, 2006; Colucci *et al.*, 2007).

8. Enquadramento do estudo

A medicina dentária adesiva tem sido foco de um grandioso número de pesquisas a nível mundial, levando à evolução dos sistemas adesivos no sentido da sua simplificação e redução da quantidade de passos clínicos (Anusavice *et al.*, 2013).

Alguns estudos foram efetuados ao adesivo Optibond™ FL, em que este foi aplicado sobre o substrato dentário e armazenado em solução aquosa, verificando-se uma redução da resistência adesiva nos primeiros seis meses. Este fato poderá ser justificado pela degradação hidrolítica, ativação das MMP's após condicionamento ácido, mas também poderá dever-se ao evento de *over-etching* da dentina (condicionamento pelo ácido ortofosfórico e pelo *primer* ácido) que fragiliza a camada dentinária por impossibilidade de penetração dos monómeros tão profundamente, afetando considerável e negativamente a qualidade da camada híbrida (Bahillo *et al.*, 2013).

O *primer* do Optibond™ FL contém um monómero funcional ácido, o GDPM que tem afinidade para a dentina. Este monómero é semelhante aos existentes nos sistemas adesivos *self-etch*. O GDPM tem capacidade de se ligar aos iões de cálcio da hidroxiapatite presente na dentina. Outra característica do *primer* do Optibond™ FL é o seu baixo valor de pH, idêntico ao pH dos adesivos *self-etch milds*, como é o caso do Clearfil™ SE Bond 2 (Bahillo *et al.*, 2013; Drobač *et al.*, 2015).

Com base nesta propriedade do Optibond™ FL, pretende-se então avaliar se este sistema adesivo é tão eficaz na dentina não desmineralizada como é no caso da dentina previamente desmineralizada pelo ácido ortofosfórico e se se verifica declínio ou não, dos valores de resistência adesiva em cada uma das estratégias adesivas após termociclagem em comparação com o grupo controlo Clearfil™ SE Bond 2 e com outros estudos já realizados.

II. OBJETIVOS

Comparar a resistência do sistema adesivo Optibond™ FL (Kerr Orange, CA, USA) e Clearfil™ SE Bond 2 (Kuraray Dental®) com diferentes protocolos adesivos em dentina após termociclagem.

1. Hipóteses de Estudo

Hipótese Nula 1 (H01) – Não existem diferenças estatisticamente significativas na resistência adesiva à dentina perante o uso de diferentes protocolos adesivos utilizados após termociclagem.

Hipótese Alternativa (HA) – Existem diferenças estatisticamente significativas na resistência adesiva à dentina perante o uso de diferentes protocolos adesivos após termociclagem.

III. MATERIAIS E MÉTODOS

1. Amostra de Estudo





O presente estudo foi apresentado e aprovado pela Comissão de Ética do Instituto Universitário Egas Moniz (IUEM) (Anexo 1). Foram utilizados 15 molares humanos hígidos, recentemente extraídos por motivos periodontais ou ortodônticos cedidos pelo banco de dentes do IUEM (Anexo 2). De forma a respeitar a norma ISO/TS 11405:2015 apenas foram usados dentes extraídos há menos de 6 meses. Após extração, as raízes dos dentes foram limpas com curetas *Gracey* e os dentes escovados com pasta à base de pedrapomes e de seguida imergidos durante um período de uma semana no máximo, numa solução de Cloramina-T tri-hidratada a 1% (ISO/TS 11405:2015).

Após uma semana de imersão em Cloramina-T tri-hidratada a 1%, os dentes foram guardados em água destilada a uma temperatura de 4°C até ao momento da sua utilização (ISO/TS 11405:2015). Este armazenamento durou até ao início do procedimento laboratorial, em que os dentes foram submetidos ao seu seccionamento pelo micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers, Ballerup, Dinamarca).

2. Materiais utilizados

Os materiais utilizados são apresentados e descritos na tabela 1.

Tabela 1 - Composição e características dos materiais utilizados

Material	Composição	Lote	Validade	Imagem
Ácido ortofosfórico (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)	Gel de ácido ortofosfórico a 37,5%.	6617421	2020-11-30	
Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)	<i>Primer:</i> GDPM, HEMA, MMEP, água, etanol, canforoquinona, BHT; <i>Bond:</i> Bis-GMA, HEMA, GDMA, canforoquinona, ODMAB, partículas de carga (aproximadamente 48% do peso).	6663931	2020-01-31	
Clearfil™ SE Bond 2 (Kuraray Noritake Dental Inc., Tokyo, Japan)	<i>Primer:</i> MDP, HEMA, dimetacrilato alifático, água, canforoquinona; <i>Bond:</i> MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrofóbico, sílica, coloidal, canforoquinona.	000041	2019-10-31	
Resina composta Filtek™ Z250 (3M ESPE, St Paul, MN, USA) cor A3	Bis-GMA, UDMA, bis-EMA, partículas de carga (aproximadamente 60% do peso) zircônia e sílica.	N997772	2021-08-28	

3. Preparação das amostras

Os 15 dentes foram aleatoriamente distribuídos e divididos em três grupos de acordo com o tipo de estratégia adesiva a aplicar:

Grupo I OPTFL. Optibond™ FL (Kerr Orange, CA, USA), segundo as instruções do fabricante, n =5;

Grupo II OPTSE. Optibond™ FL (Kerr Orange, CA, USA), sem condicionamento ácido prévio com ácido ortofosfórico, segundo as instruções do fabricante, n=5.

Grupo III CLSE. Clearfil™ SE Bond 2 (Kuraray Dental), segundo as instruções do fabricante, n=5.

De forma a iniciar o procedimento laboratorial, as amostras foram coladas a bases acrílicas, com o auxílio de cera colante (Sticky Wax, Kemdent®, Wiltshire, Inglaterra) e de seguida submetidas a secções pelo micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers, Ballerup, Dinamarca) (Figura 3).



Figura 3 - Micrótomo de tecidos duros - Accutom-50, Struers Ballerup, Dinamarca

Os primeiros cortes efetuados foram perpendiculares ao longo eixo do dente, sendo o primeiro abaixo da junção amelo-cimentária, de forma a seccionar e separar a porção coronária da porção radicular e o segundo corte foi realizado no esmalte com o objetivo de eliminar a camada de esmalte oclusal, expondo a dentina superficial nessa zona. A polpa da câmara pulpar foi removida com cureta Gracey e a cavidade pulpar remanescente preenchida com cola de cianoacrilato Zappit (Wurth, Künzensaul, Alemanha).

A dentina superficial recentemente exposta, foi de seguida submetida a um polimento com um disco de lixa SiC de grão 600 (Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, EUA), com água corrente, na polidora LaboPol-4 (Struers, Ballerup, Dinamarca) (figura 4), de forma a simular a formação de *smear layer*.



Figura 4 - Polidora - LaboPol-4, Struers, Ballerup, Dinamarca

Após preparação e cortes iniciais dos dentes (figura 5), foi aplicado o sistema adesivo correspondente a cada grupo de estudo, sob o respetivo protocolo (tabelas 2, 3 e 4).

O protocolo da preparação laboratorial dos grupos está ilustrado nas figuras 6 e 7.

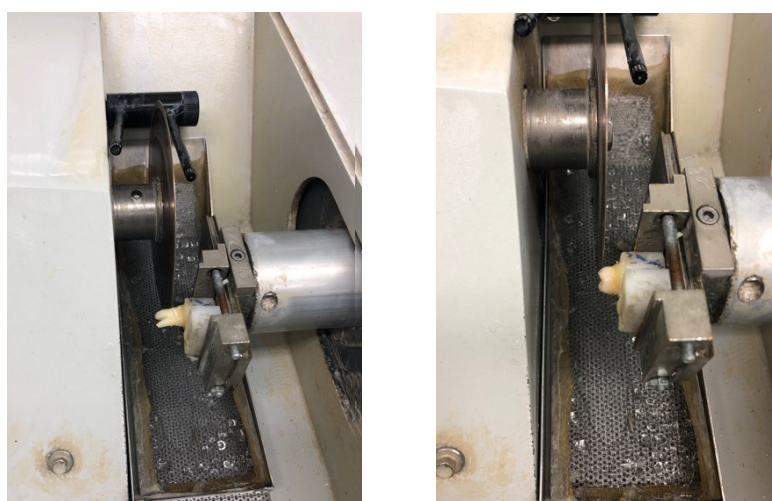


Figura 5 - Cortes iniciais dos dentes

Grupo I OPTFL. Optibond™ FL (Kerr Orange, CA, USA), segundo as instruções do fabricante, n=5.

Tabela 2 - Preparação do Grupo I OPTFL

Técnica de aplicação
Técnica de aplicação do Optibond™ FL segundo as normas do fabricante – <i>etch-and-rinse</i>
1) Condicionamento da superfície oclusal com ácido ortofosfórico a 37,5% durante 15 segundos;
2) lavagem com jato de água durante 15 segundos e secagem cuidadosa da superfície com jato de ar durante 5 segundos;
3) Aplicação do <i>primer</i> durante 15 segundos com <i>microbrush</i> seguido de secagem suave com jato de ar durante 5 segundos;
4) Aplicação do adesivo durante 15 segundos com <i>microbrush</i> e secagem suave com jato de ar durante 5 segundos, de modo a formar uma fina e homogênea camada;
5) Fotopolimerização durante 20 segundos.

Grupo II OPTSE. Optibond™ FL (Kerr Orange, CA, USA), sem condicionamento ácido prévio com ácido ortofosfórico, segundo as instruções do fabricante, n=5.

Tabela 3 - Preparação do Grupo II OPTSE

Técnica de aplicação
Técnica de aplicação do Optibond™ FL sem condicionamento ácido prévio – <i>self-etch</i>
1) Aplicação do <i>primer</i> durante 15 segundos com <i>microbrush</i> seguido de secagem suave com jato de ar durante 5 segundos;
2) Aplicação do adesivo durante 15 segundos com <i>microbrush</i> e secagem suave com jato de ar durante 5 segundos, de modo a formar uma fina e homogênea camada;
3) Fotopolimerização durante 20 segundos.

Grupo III CLSE. Clearfil™ SE Bond 2 (Kuraray Dental), segundo as instruções do fabricante, n=5.

Tabela 4 - Preparação do Grupo III CLSE

Técnica de aplicação

Técnica de aplicação do Optibond™ FL segundo as normas do fabricante – *self-etch*

- 1) Aplicação do *primer* durante 20 segundos com *microbrush* descartável seguido de secagem suave com jato de ar durante 5 segundos;
- 2) Aplicação do adesivo com *microbrush* descartável e secagem suave com jato de ar, de modo a formar camada uniforme;
- 3) Fotopolimerização durante 10 segundos.

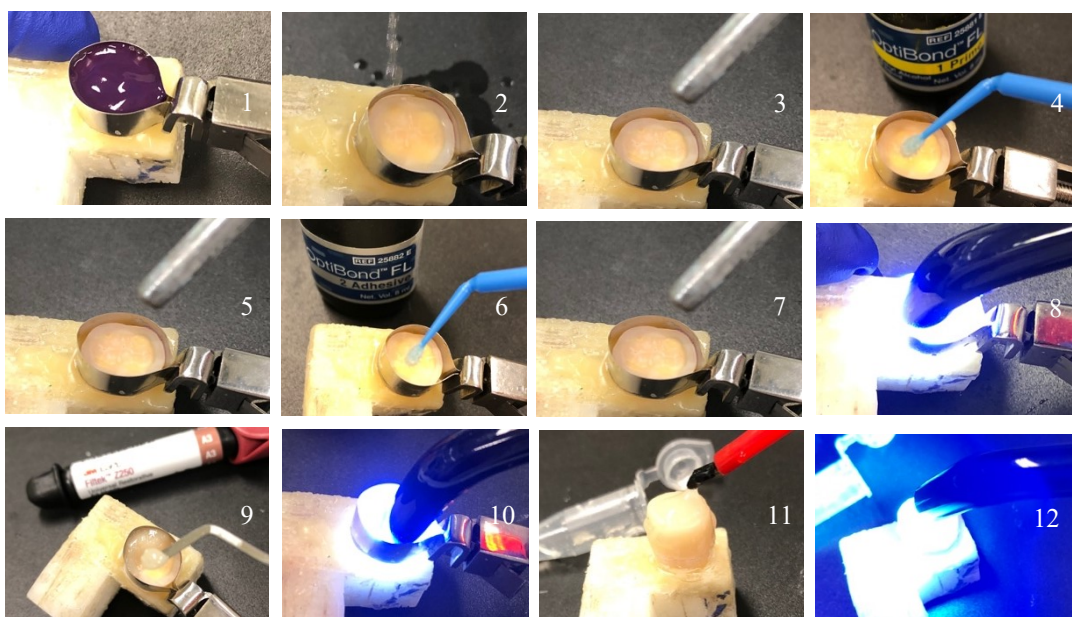


Figura 6 - Protocolo de preparação dos grupos OPTFL e OPTSE

1-Condicionamento ácido do substrato dentário*; 2- lavagem*; 3- secagem com jato suave de ar*; 4- aplicação do *primer*; 5- secagem com jato suave de ar; 6- aplicação do adesivo; 7- secagem com jato suave de ar; 8- fotopolimerização do adesivo; 9- aplicação da resina composta; 10- fotopolimerização da resina composta; 11- aplicação de glicerina; 12- fotopolimerização após aplicação de glicerina; *apenas para o grupo OPTFL

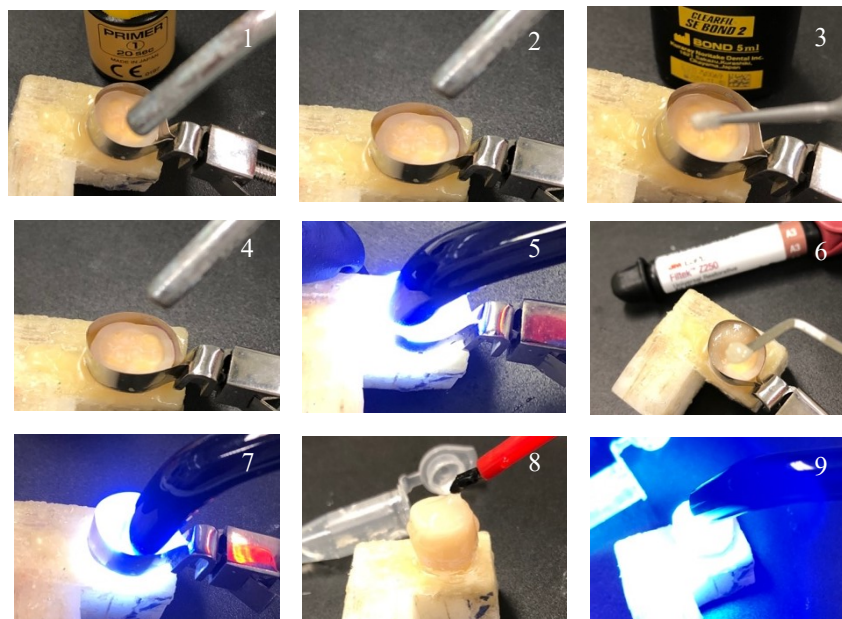


Figura 7 - Protocolo de preparação do grupo CLSE

1 - Aplicação do *primer*; 2 - secagem com jato suave de ar; 3 - aplicação do adesivo; 4 - secagem com jato suave de ar; 5 - fotopolimerização do adesivo; 6 - aplicação da resina composta; 7 - fotopolimerização da resina composta; 8 - aplicação de glicerina; 9 - fotopolimerização após aplicação de glicerina

Tal como ilustrado nas figuras 6 e 7, os procedimentos realizaram-se após a montagem da matriz metálica e porta-matriz *Tofflemire*, para possibilitar a restauração de cada dente com resina composta microhíbrida Filtek™ Z250 cor A3 (3M ESPE, Seefeld, Alemanha) em incrementos de 2 mm que foram polimerizados durante 20 segundos com luz LED, Elipar DeepCure-S (3M ESPE, St Paul, MN, USA) durante 20 segundos com intensidade de $1400\text{W}/\text{cm}^2$, até atingir a altura de 6 milímetros, medidos com sonda periodontal graduada (figura 8). A altura da amostra deve ser controlada, de forma a obter uma altura viável para fixação dos corpos-de-prova nos *jigs* metálicos de *Geraldeli* para serem submetidos ao teste de microtração (Colucci *et al.*, 2007).

Após a última camada de resina composta, a superfície foi pincelada com glicerina e polimerizada por mais 20 segundos, de forma a garantir a completa polimerização da resina. De forma a garantir a intensidade adequada da fotopolimerização, foi feito o controlo do fotopolimerizador, a cada 5 utilizações, através de um radiómetro incorporado na unidade de carregamento. Foi delimitada a zona de esmalte, com caneta de acetato, de forma a descartar os palitos que continham esmalte e aproveitar apenas os palitos cujo substrato fosse dentina.

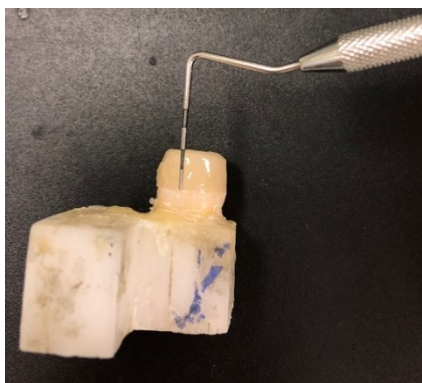


Figura 8 - Medição da altura de resina composta com sonda graduada

Os dentes foram posteriormente sujeitos a novos cortes no micrótomo de tecidos duros, de forma a obter-se pelo menos 15 palitos de cada dente (figura 9). Portanto, cada amostra foi individualmente colada num suporte de acrílico com cola aquecida e o micrótomo programado para corte do dente nos seus dois eixos, X e Y, com seção transversal de $1 \pm 0,2 \text{ mm}^2$. Apenas foram aproveitados os palitos com substrato em dentina, tendo sido descartados os palitos mais periféricos que continham marca de caneta de acetato, relativos ao esmalte.



Figura 9 - Palitos de dentina com resina aderida

Os palitos foram depois submetidos a tratamento térmico por termociclagem, segundo a norma ISO/TS 11405:2015 (figura 10). A termociclagem foi realizada com a imersão sequencial das amostras, identificadas para cada grupo de estudo, em depósitos com água desionizada a uma temperatura de 5°C e 55°C durante 30 segundos até serem completos 10 000 ciclos, o que equivale a cerca de um ano de degradação na cavidade oral (Gale & Darvell, 1999).



Figura 10 - Termociclagem dos palitos de cada grupo

Para o ensaio de microtração, cada palito foi colado individualmente no *jig* metálico com cola de cianoacrilato Zappit, deixando a interface adesiva no centro do *jig* e sem contato com o cianoacrilato. Como os palitos não podem desidratar até serem submetidos ao teste de microtração, então estes foram sempre mantidos numa compressa embebida em água desionizada.

Segundo a norma ISO/TS 11405:2015, a máquina de teste universal utilizada (Shimadru Autograph AG-IS, Tokyo, Japan), foi programada a uma velocidade de força aplicada de 0,5 mm/minuto até ocorrer rutura do palito (figura 11).



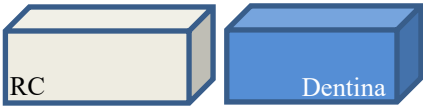


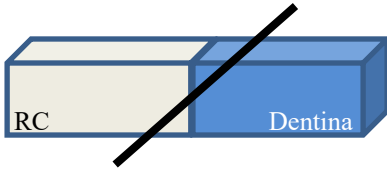
Figura 11 - Preparação dos palitos para o teste de microtração na máquina de teste universal, Shimadru Autograph AG-IS, Tokyo, Japan

Foram registados em folha de cálculo, os valores da área da interface adesiva em mm^2 e da força de fratura em Quilonewtons (kN), para determinar a força adesiva em MPa de cada palito submetido a teste de microtração, sendo então a resistência à

microtração, igual ao quociente da força aplicada no momento da fratura pela área de superfície aderida, em N/ mm².

O tipo de fratura dos vários palitos testados foi analisado com recurso a um estereomicroscópio (EMZ-8TR, Meiji Techno Co, Ltd, Saitana, Japan) numa ampliação de 20x, sendo as fraturas classificadas em adesivas, coesivas ou mistas, tendo em consideração a zona de ocorrência da fratura (tabela 5).

Tabela 5 - Esquema representativo dos diferentes tipos de fratura

Tipo de fratura	Representação esquemática
Interface adesiva – interface resina-dentina	
Coesiva na dentina – apenas em dentina	
Coesiva na resina composta – apenas em resina composta	
Mista - interface adesiva e dentina e resina composta	

4. Análise Estatística

A análise estatística desta investigação foi conseguida através do programa IBM SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*).

As médias e desvios padrão dos valores de microtração (μ TBS) obtidos foram calculados por grupo e realizado o teste ANOVA *two way*. O valor de significância foi definido em $p \geq 0.05$ para aceitar a hipótese nula e em $p < 0.05$ para rejeitar a hipótese nula.

As falhas pré-teste foram incluídas na análise das médias atribuindo um valor correspondente a metade do menor valor obtido (μ TBS) no teste de microtração do grupo em teste (Armstrong *et al.*, 2017).

IV. RESULTADOS

1. Exposição dos dados obtidos

A análise estatística envolveu um $n=15$ com um total de 290 palitos de dentina resultantes de todos os grupos de estudo. Do universo de palitos, resultaram 35 falhas pré-teste (tabela 6), contabilizadas para a média das resistências adesivas com metade do valor de resistência adesiva (MPa) do menor valor obtido por cada dente do grupo em questão (Armstrong *et al.*, 2010).

Tabela 6 - Representação das falhas pré-teste

Amostra	Falhas pré-teste		Percentagem
	contabilizadas na estatística	N.º total de palitos	
			FPT (%)
OPTFL	11	101	10,9%
OPTSE	12	94	12,8%
CLSE	12	95	12,6%

2. Análise da resistência adesiva (μ TBS)

A análise da distribuição das amostras foi realizada a partir de testes de normalidade não paramétricos como os testes Kolmogorov-Smirnov, Shapiro-Wilk (tabela 7) e de correlação de significância Lillefors, cujo valor estatístico (α) superior a 0,05, ou seja

$\alpha \geq p$ (p = nível de significância), confirma que existe distribuição normal da amostra do estudo. Este é um requisito para aplicação do teste de análise fatorial ANOVA.

Tabela 7 - Testes de normalidade para avaliação da distribuição normal das amostras por grupo

	Teste Kolmogorov-Smirnov				Teste Shapiro-Wilk		
	Grupos	Estatística	gI	Sig. (α)	Estatística	gI	Sig. (α)
Amostra	OPTFL	0,327	4		0,835	4	0,163
	OPTSE	0,241	4		0,887	4	0,891
	CLSE	0,193	5	0,218	0,991	5	0,956

O teste de Levene permite avaliar a homogeneidade de variâncias amostrais, de forma a concluir se as amostras são semelhantes e, portanto, concluir se existe uma igualdade de variâncias em todos os grupos experimentais. Neste caso o valor de significância é superior a 0,05, reforçando assim a estabilidade dos valores das médias amostrais (tabela 8).

Tabela 8 - Testes de homogeneidade de Variâncias

Estatística de Levene	gl1	gl2	gl3
1,259	2	12	0,319

Os valores de médias de resistência adesiva e desvios-padrão (MPa) de cada grupo após simulação de envelhecimento por termociclagem, estão registados na tabela 9 e ilustrados na figura 12.

Tabela 9 - Valores médios de resistência adesiva à microtração, após termociclagem e respetivos valores de desvio padrão

	N	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)
OPTFL	5	24,09731	0,646564
OPTSE	5	22,61999	1,255638
CLSE	5	25,06458	0,851867
Total	15	23,92729	1,363772

É assim possível concluir, que os valores médios mais elevados de resistência adesiva em dentina foram obtidos para o grupo Clearfil™ SE Bond 2 (25,1 +/- 0,9 MPa), seguido de Optibond™ FL com aplicação prévia de ácido ortofosfórico (24,1 +/- 0,7 MPa), enquanto que os valores mais baixos são verificados no grupo de Optibond™ FL sem aplicação prévia de ácido ortofosfórico (22,6 +/- 1,3 MPa).

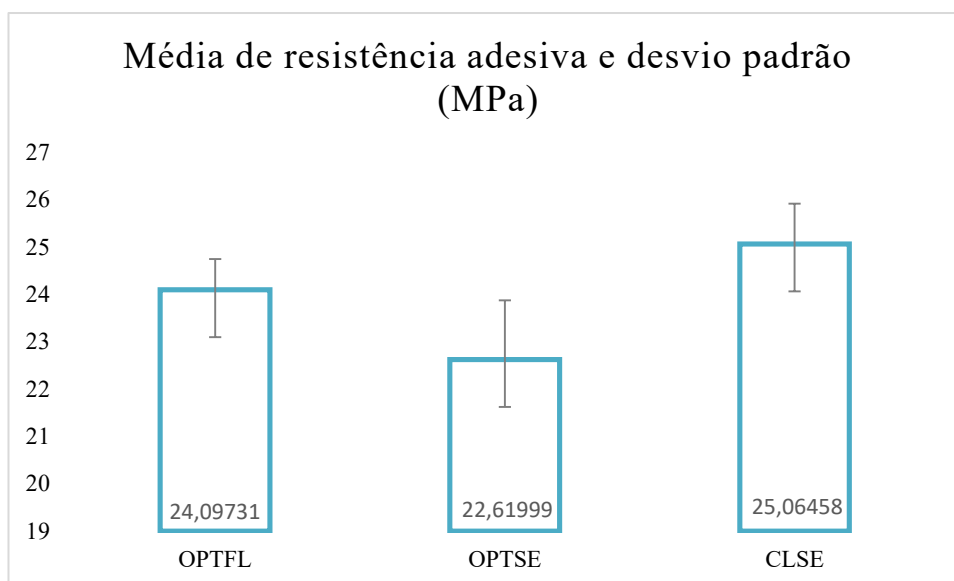


Figura 12 - Médias e desvios-padrão de cada grupo

Tendo em conta o nível de significância estabelecido e o valor estatístico obtido podemos aceitar ou rejeitar a hipótese nula deste estudo. Deste modo, através da observação do valor de significância, verifica-se que o sistema adesivo é um preponderante na média de resultados entre os grupos (tabela 10).

Tabela 10 - Efeito do fator sistema adesivo nas médias dos resultados

	Soma dos	gl	Quadrado	F	Significância
	Quadrados		Médio		
Entre grupos	15,157	2	7,578	8,357	0,004
Nos grupos	10,881	12	0,907		
Total	26,038	14			

F – Testa o efeito do sistema adesivo

Após comparação das médias de resistência adesiva dos grupos, com recurso a um teste ANOVA *two way* e teste *Tukey*, verificaram-se diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência adesiva entre grupos (tabela 11).

Tabela 11- Comparações múltiplas de valores de significância entre grupos

(I) Grupo	(J) Grupo	Diferença média (I-J)	Erro Padrão	Significância
OPTFL	OPTSE	1,477318	0,602257	0,073
	CLSE	-0,967272	0,602257	0,281
OPTSE	OPTFL	-1,477318	0,602257	0,073
	CLSE	-2,444590*	0,6022,57	0,004
CLSE	OPTFL	0,967272	0,602257	0,281
	OPTSE	2,444590	0,602257	0,004

Não existem diferenças estatisticamente significativas nas médias dos valores de resistência adesiva entre os grupos OPTFL e OPTSE, pois $p > 0,05$.

Não existem diferenças estatisticamente significativas nas médias dos valores de resistência adesiva entre os grupos OPTFL e CLSE, pois $p > 0,05$.

Existem diferenças estatisticamente significativas nas médias dos valores de resistência adesiva entre os grupos OPTSE e CLSE, pois $p < 0,05$.

3. Análise do tipo de fratura obtido

As fraturas obtidas foram quantificadas para cada grupo de estudo e são apresentadas na tabela 12. Na figura 13, apresenta-se também o gráfico de barras com a percentagem de cada tipo de falha em relação ao grupo, de modo a facilitar a comparação visual.

Tabela 12 - Percentagem de cada tipo de fraturas obtidas para cada grupo de estudo

	Interface adesiva	Resina composta	Dentina	Mista
OPTFL	55,6%	15,6%	8,9%	20,0%
OPTSE	40,2%	28,0%	12,2%	19,5%
CLSE	50,0%	15,9%	10,2%	23,9%

Em todos os grupos, ocorre predominância de falhas na interface adesiva e o padrão de falha menos frequente ocorre na dentina.

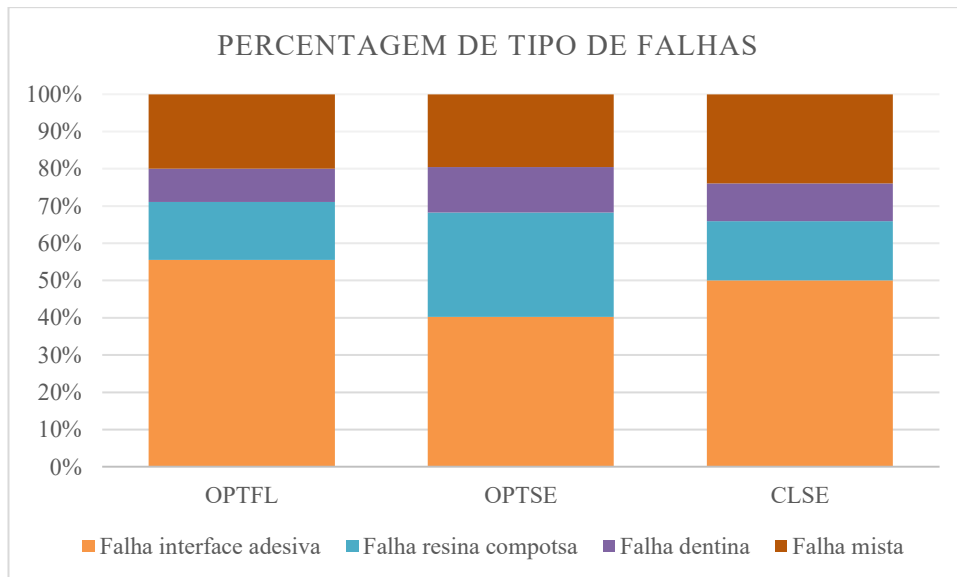


Figura 13 - Percentagem de tipo de falhas

V. DISCUSSÃO

A presente investigação *in vitro* teve como objetivo avaliar e comparar a resistência adesiva após termociclagem, de um sistema adesivo *etch-and-rinse* quando aplicado segundo as normas do fabricante e quando aplicado dispensando a etapa prévia de condicionamento ácido dentinário. Os valores de resistência adesiva obtidos foram também comparados com os valores de um grupo controlo *self-etch* aplicado segundo as indicações do fabricante. Todos os grupos de estudo foram submetidos a um tratamento de 10 000 ciclos de termociclagem. Analisando os resultados obtidos no presente estudo, rejeitamos a hipótese nula, uma vez que existem diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes protocolos utilizados, pois o sistema adesivo Optibond™ FL que contém o monómero funcional GDPM quando aplicado em dentina sem condicionamento ácido prévio, apresenta após termociclagem, valores de resistência adesiva significativamente diferentes do sistema adesivo *self-etch* Clearfil™ SE Bond 2, que contém o monómero funcional 10-MDP.

O maior desafio na adesão à estrutura dentária prende-se essencialmente com a adesão micro-mecânica ao substrato dentinário devido à sua elevada componente orgânica. Idealmente, a camada híbrida deveria ser formada pela completa infiltração dos monómeros de resina na matriz de colagénio da dentina, o que não se verifica (Pashley *et al.*, 2011). Em consequência, a camada está sujeita aos fenómenos de degradação hidrolítica e enzimática. Desta forma, a evolução dos sistemas adesivos segue também no sentido da criação de uma adesão mais resistente e também mais duradoura, com o desenvolvimento e introdução de monómeros funcionais que promovam uma adesão química (Perdigão *et al.*, 2013).

O Optibond™ FL (Kerr), é um sistema adesivo *etch-and-rinse* de 3 passos. O seu *primer*, com um pH de 1.9, apresenta o monómero funcional GPDM. Este é um monómero hidrofílico ácido com capacidade de desmineralizar o substrato dentário e através do seu grupo fosfato, liga-se ao cálcio da hidroxiapatite. Também permite a impregnação dos monómeros hidrofóbicos (Sarr *et al.*, 2010; Bahillo *et al.*, 2013; Hoshika *et al.*, 2018). Os monómeros funcionais, permitem aos sistemas adesivos *self-etch* desmineralizar e infiltrar a superfície dentária em simultâneo (Wang *et al.*, 2017; Yoshihara, 2018b).

O Clearfil™ SE Bond 2 (Kurakay) é um sistema adesivo *self-etch mild*. Este contém no seu *primer* ácido, com pH de 2, o monômero funcional 10-MDP, que tem a capacidade de estabelecer ligações químicas com o cálcio da hidroxiapatite formando complexos de cálcio-fosfato (Hoshika *et al.*, 2018).

Sendo o Optibond™ FL um sistema adesivo *etch-and-rinse* de três passos e apresentar um *primer* com pH ácido, seria espectável que este duplo condicionamento do substrato dentinário provocado pelo ácido ortofosfórico e pelo *primer* ácido, aumentassem a probabilidade de *over-etching*, com degradação da camada híbrida devido à impregnação de água na interface adesiva, por impossibilidade de penetração dos monômeros resinosos durante a aplicação do sistema adesivo. Também o ácido ortofosfórico provoca efeito inflamatório pulpar moderado. Assim sendo, anular a aplicação de ácido ortofosfórico individualmente na dentina, permite reduzir estes efeitos e reduzir também o *setting* terapêutico e sensibilidade da técnica (Bahillo *et al.*, 2013; Carvalho *et al.*, 2016).

Relativamente aos sistemas adesivos utilizados, Optibond™ FL e Clearfil™ SE Bond 2, segundo Sarr e seus colaboradores (2010), estes são os adesivos *Gold Standard* das estratégias adesivas *etch-and-rinse* e *self-etch*, respectivamente.

Após revisão da literatura disponível sobre este tema, encontrou-se um estudo, realizado por Bahillo e seus colaboradores em 2013 cujo objetivo foi avaliar o potencial ácido do *primer* do Optibond™ FL sob diferentes estratégias adesivas e aplicado em dentina, isto é, num grupo aplicaram este sistema adesivo segundo as normas do fabricante portanto com aplicação prévia de ácido ortofosfórico, e num segundo grupo, aplicaram o sistema adesivo sem condicionamento prévio da dentina, com ácido ortofosfórico. As amostras foram submetidas a armazenamento durante 7 dias em estufa a 37°C, 600 ciclos de termociclagem a 5° e 55°C e por fim sujeitas a forças mecânicas equivalente a 240 000 ciclos de mastigação. Os autores compararam a eficácia e retenção de restaurações nestes dois grupos de estudo através de microscopia eletrónica de varrimento. Os resultados revelaram níveis de retenção idênticos, sem diferenças significativas entre os dois grupos. Apesar das condições serem diferentes, os resultados estão de acordo com os do presente estudo, uma vez que o sistema adesivo Optibond™ FL aplicado com e sem condicionamento ácido prévio da dentina, permitiram médias de resistências adesivas estatisticamente semelhantes.

Num estudo realizado no Instituto Universitário Egas Moniz em 2017, que pretendeu comparar as forças adesivas do Optibond™ FL, com e sem condicionamento prévio da dentina, com as do sistema adesivo Clearfil™ SE Bond 2, após 24 horas de armazenamento em estufa, foi possível concluir que não existem diferenças estatisticamente significativas entre as resistências adesivas dos grupos submetidos a estudo e que desta forma a ausência de condicionamento com ácido ortofosfórico prévio do substrato dentinário revelou resultados semelhantes ao grupo em que se aplicou previamente o ácido ortofosfórico, bem como ao grupo controlo Clearfil™ SE Bond 2. Os resultados deste estudo seguem a tendência do presente estudo no sentido em que a aplicação de Optibond™ FL com condicionamento prévio ou não da dentina refletem resultados estatisticamente semelhantes. No entanto, o Clearfil™ SE Bond 2 apresenta valores de resistência adesiva inferiores para o grupo Optibond™ FL *etch-and-rinse*, ainda que sem diferença estatística, contrariando os resultados da atual investigação que revelam melhores valores de resistência adesiva para o Clearfil™ SE Bond 2.

Também Jang e seus colaboradores em 2016, estudaram o comportamento dos sistemas adesivos Optibond™ FL e Clearfil™ SE Bond 2 aplicados em dentina, seguindo as normas do fabricante. Após 24 horas de armazenamento, observaram uma maior resistência adesiva para Clearfil™ SE Bond 2 e um pouco inferior para o Optibond™ FL, ainda que sem significado estatístico, seguindo a mesma linha de resultados do presente estudo.

Em 2017, Karabekiroglu e seus colaboradores testaram a influência de diferentes sistemas adesivos *self-etch* na dentina e da técnica de envelhecimento das amostras. Agruparam-nos segundo o sistema adesivo aplicado e subdividiram-nos em dois grupos distintos, um grupo sujeito a tratamento de 5000 ciclos de termociclagem a 5°C e 55°C seguida de carga mecânica equivalente a 60 000 mastigatórios e outro grupo controlo, apenas armazenado em água destilada durante 24 horas. Todas as amostras foram depois submetidas a teste de microtração. Os autores concluem que os resultados médios de resistência adesiva foram significativamente afetados pelo tipo de sistema adesivo e não pelas condições de envelhecimento, pois não foram encontradas diferenças significativas entre os grupos sujeitos a envelhecimento por termociclagem e carga mecânica e o grupo controlo. Ainda através deste estudo se pode constatar que de todos os sistemas adesivos

self-etch testados, foi o Clearfil™ SE Bond 2 que apresentou maior resistência adesiva à dentina.

Sezinando e seus colaboradores, em 2012 utilizaram quatro sistemas adesivos, dois *self-etch* e dois *etch-and-rinse*, sendo que todos continham o monómero funcional GDPM. Agruparam as amostras segundo o sistema adesivo aplicado e subdividiram-nos em três grupos submetidos a diferentes tipos de envelhecimento, mais concretamente, armazenamento dos palitos em água destilada durante 24 horas, armazenamento dos palitos em água destilada durante 6 meses e tratamento de 20 000 ciclos de termociclagem. No final, foram sujeitos a testes de microtração. Os autores verificaram que não houve diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes grupos de adesivos nem entre os três métodos de envelhecimento aplicados. No entanto, os valores médios de resistência adesiva mais baixos foram obtidos nos grupos de sistemas adesivos submetidos a termociclagem, quando comparados com envelhecimento em água destilada durante 24 horas e 6 meses.

Segundo Bahillo e seus colaboradores (2013), o efeito *self-etch*, nos adesivos *etch-and-rinse*, parece estar associado ao monómero GPDM, uma vez que desmineraliza os cristais de hidroxiapatite na dentina, tendo a capacidade de se infiltrar neste substrato. Porém, não parece ser eficaz o suficiente, nem totalmente fiável, como o ácido ortofosfórico.

Pesquisas realizadas por Feitosa e seus colaboradores, em 2014, indicam que a formação de sais entre o monómero funcional e os iões de cálcio é influenciada pelo comprimento (número de carbonos) e pela hidrofília da cadeia do monómero funcional. Assim sendo, chegaram à conclusão de que monómeros funcionais com uma cadeia longa (que separa o grupo polimerizável metacrilato do grupo funcional fosfato) e hidrofóbica, tal como é o caso do 10-MDP pode formar ligações iónicas mais estáveis com o cálcio da hidroxiapatite.

Em contraste, cadeias mais curtas e hidrofílicas, como é o caso do GDPM quando comparado com o 10-MDP, podem não favorecer a formação estável de sais de monómero-cálcio. Desta forma, pode-se inferir razoavelmente que a eficácia de ligação do monómero GDPM aos iões de cálcio pode ser mais limitada quando comparada com a do 10-MDP (Wang *et al.*, 2017). Estes resultados vão de acordo com a tendência deste

estudo, que revela melhores forças adesivas para o sistema adesivo Clearfil™ SE Bond 2 que contém o monômero 10-MDP, do que o Optibond™ FL que contém o monômero funcional GDPM embora a diferença de valores não seja estatisticamente significativa. Esta poderá ser uma possível justificação para o fato de, em dentina, o Clearfil™ SE Bond 2 apresentar melhor média de resistência adesiva, uma vez que este contém o monômero funcional 10-MDP.

Vários estudos referem que idealmente a adesão ao esmalte deve ser feita com sistemas adesivos *etch-and-rinse* pois a retenção micromecânica atingida parece ser aceitável para uma adesão eficaz e duradoura. Porém, se a adesão for ao esmalte e à dentina em simultâneo, deve ser realizado previamente o condicionamento seletivo do esmalte, seguido da aplicação de um sistema adesivo *self-etch* tanto no esmalte como na dentina (Ibrahim, *et al.*, 2010; Cardoso *et al.*, 2011; Sezinado, 2014).

No presente estudo, as unidades de estudo foram submetidas a teste de microtração na máquina de testes Universal, daí a necessidade de um processamento adicional dos dentes, de forma a obter palitos após aplicação do sistema adesivo. São várias as vantagens de utilizar palitos em testes de resistência adesiva, tais como obter várias micro-amostras do mesmo dente, melhor controlo das diferenças regionais (por exemplo, dentina periférica *versus* dentina central), melhor distribuição do stress na interface adesiva, capacidade de testar superfícies irregulares e áreas muito pequenas e ainda facilita o exame microscópico das falhas (Sirisha, *et al.*, 2014).

Torna-se ainda importante ressaltar que a comparação entre resultados de estudos diferentes deve ser feita de forma cautelosa pois não se verifica padronização dos protocolos aplicados e existe sempre a possibilidade de falha humana (Fernandes, *et al.*, 2016).

VI. CONCLUSÃO

Através da análise dos resultados obtidos neste estudo in vitro de resistência adesiva à dentina, podemos concluir que o sistema adesivo *self-etch* Clearfil™ SE Bond 2 apresenta valores de resistência um pouco acima dos proporcionados pelo *etch-and-rinse* de três passos Optibond™ FL, contudo sem diferenças em termos estatísticos.

Na mesma linha de resultados, o sistema adesivo Optibond™ FL apresenta uma melhor prestação em termos de resistência adesiva à dentina quando se procede ao seu condicionamento prévio com ácido ortofosfórico, do que no grupo em que se ignorou a etapa de condicionamento com o mesmo ácido, no entanto a diferença de valor entre estes dois grupos também não é estatisticamente significativa.

Já no caso do grupo Optibond™ FL sem condicionamento prévio da dentina com ácido ortofosfórico, os seus resultados mostraram-se muito abaixo quando comparados com o grupo do Clearfil™ SE Bond 2, surgindo aqui resultados significativamente diferentes em termos estatísticos.

Em suma, uma adesão individual à dentina deveria dispensar o passo isolado de aplicação de ácido ortofosfórico tal como é possível com os sistemas adesivos *self-etch*, porém se o sistema adesivo selecionado for o Optibond™ FL, deverá ser utilizado seguindo as indicações do fabricante de forma a garantir a máxima *performance* deste adesivo.

1. Relevância clínica

A adesão à dentina ainda é um enorme desafio atualmente, pelo que o desenvolvimento de protocolos adesivos que a melhorem, será sempre uma mais valia. No entanto, é de extrema importância que estas estratégias não comprometam a qualidade da adesão ao substrato dentário. Os efeitos do *over-etching* em particular na dentina, levam ao longo do tempo à degradação da camada híbrida, comprometendo desta forma a restauração e o dente. Esta realidade e a popularização de sistemas adesivos simplificados, à base de monómeros funcionais que promovem uma adesão química ao substrato, tornam pertinente a busca por sistemas adesivos de máxima eficácia e durabilidade e que possam permitir anular etapas consideradas de certa forma nocivas para um substrato tão sensível como é a dentina. Perante os resultados deste estudo, a adesão à dentina proporcionada por um sistema adesivo *self-etch*, é preferível a um sistema adesivo *etch-and-rinse*, desde que contenha um monómero funcional eficaz, tal como o 10-MDP.

VII. BIBLIOGRAFIA

- Anusavice, K., Shen, C., & Rawls, H. R. (2013). Phillips' Science of Dental Materials. 12th Edition. Chapter 12, 264-265. USA: Elsevier Science
- Armstrong, R., Boyer, B., & Keller, C. (1998). Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dental Materials*, 14(1), 44-50. doi:10.1016/s0109-5641(98)00008-6
- Armstrong, R., Keller, C., & Boyer, B. (2001). Mode of failure in the dentin-adhesive resin-resin composite bonded joint as determined by strength-based (μ TBS) and fracture-based (CNSB) mechanical testing. *Dental Materials*, 17(3), 201-210. doi:10.1016/s0109-5641(00)00070-1
- Armstrong, R., Vargas, A., Chung, I., Pashley, H., Campbell, A., Laffoon, E. & Qian, F. (2004). Resin-Dentin Interfacial Ultrastructure and Microtensile Dentin Bond Strength After Five-year Water Storage. *Operative Dentistry*, 29(6), 705-712. Disponível em <http://www.jopdentonline.org/doi/pdf/10.2341/1559-2863-29-6-1>
- Armstrong, S., Geraldeli, S., Maia, R., Raposo, A., Soares, C., & Yamagawa, J. (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of “ micro ” bond strength test methods. *Dental Materials*, 26, e50–e62. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.155>
- Armstrong, S., Breschi, L., Ozcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater*, 33(2), 133-143. doi:10.1016/j.dental.2016.11.015
- Ashtana, G. & Parmar, G. (2014). Review article : Hybrid layer : Foundation of Dental bonding. *Journal of Government Dental College and Hospital*, 1(1), 46–50. Disponível em <http://www.jgdch.com/pdf/october%202014%20jgdch%2046-50.pdf>
- Azevedo, L., Bezerra, B., Faber, J., & de Toledo, A. (2010). Evaluation of chlorhexidine on the quality of the hybrid layer in noncarious primary teeth: an in vitro study. *Journal of dentistry for children*, 77(1), 25-31

- Bahillo, Roig, M., Bortolotto, T., & Krejci, I. (2013). Self-etching aspects of a threestep etch- and-rinse adhesive. *Clinical Oral Investigations*, 17(8), 1893–1900. doi:10.1007/s00784-012-0878-y
- Baygin, O, Korkmaz F.M, Arslan I. (2012). Effects of different types of adhesive systems on the microleakage of compomer restorations in Class V cavities prepared by Er:YAG laser in primary teeth. *Dental materials journal*.31(2):206-14
- Banerjee A., Green, B. (2011). Contemporary Adhesive Bonding: Bridging the Gap between Research and Clinical Practice. *Dental Update*, 38: 439–450. doi:10.12968/denu.2011.38.7.439
- Bonifácio, C., Shimaoka, M., de Andrade, P., Raggio, P., van Amerongen, E., & de Carvalho, R. (2012). Micro-mechanical bond strength tests for the assessment of the adhesion of GIC to dentine. *Acta Odontologica Scandinavica*, 70(6), 555–63. doi:10.3109/00016357.2011.640280
- Boushell, W., & Sturdevant, R. (2013). Clinical Significance of Dental Anatomy, Histology, Physiology, and Occlusion. Em H. O. Heymann, E. J. Jr Swift, & A. V. Ritter, *Sturdevant's art and science of operative dentistry* (6^a ed., pp. 2-10). Missouri: Elsevier
- Breschi, L., Mazzoni, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., Di Lenarda, R., & De Stefano Dorigo, E. (2008). Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials*, 24(1), 90–101. doi:10.1016/j.dental.2007.02.009
- Breschi, L., Mazzoni, A., Nato, F., Carrilho, M., Visintini, E., Tjäderhane, L., & Pashley, H. (2010). Chlorhexidine stabilizes the adhesive interface: a 2-year in vitro study. *Dental materials*, 26(4), 320-325. doi:10.1016/j.dental.2009.11.153
- Breschi, L., Ferracane, J., Cadenaro, M., Mazzoni, A., & Hilton, T. (2013). Adhesion to Enamel and Dentin. Em T. Hilton, J. Ferracane, & J. Broome, *Summitt's Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach* (pp. 207- 238). Carol Stream, Illinois, EUA: Quintessence Publishing Company

- Brigagão, V. C. (2016). Selamento Dentinário Imediato: Preposição de Protocolos Clínicos. *Clínica Int. J. Braz. Dent.* V.12, n.2, p.186-191
- Buonocore, G., (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of dental research*, 34(6), 849-853. doi:10.1177/00220345550340060801
- Cardoso, V., De Almeida Neves, A., Mine, A., Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. (2011). Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian Dental Journal*, 56 (Suppl. 1), 31– 44. doi:10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x
- Carrilho, R., Tay, R., Donnelly, M., Agee, A., Tjäderhane, L., Mazzoni, A., & Pashley, D. H. (2009). Host-derived loss of dentin matrix stiffness associated with solubilization of collagen. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, 90(1), 373-380. doi:10.1002/jbm.b.31295
- Carvalho, M., Manso, P., Geraldeli, S., Tay, FR., & Pashley, D. H. (2012). Durability of bonds and clinical success of adhesive restorations. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, 28(1):72-86. doi:10.1016/j.dental.2011.09.011
- Carvalho, R. M., Manso, A. P., Geraldeli, S., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2013). Durability of bonds and clinical success of adhesive restorations, 28(1), 1–26. Doi:10.1016/j.dental.2011.09.011.Durability
- Carvalho, A. O., Sá, R. B., Jr, O. W., Maria, G., Ambrosano, B., Magne, P. C., & Giannini, M. (2016). Bond strength and micromorphology of resin - dentin interface of etch - and - rinse dentin bonding agents after 1 - year of water storage. *Applied Adhesion Science*. doi:10.1186/s40563-016-0073-5
- Cenci, M. S., Pereira-Cenci, T., Donassollo, T. A., Sommer, L., Strapasson, A., & Demarco, F. F. (2008). Influence of thermal stress on marginal integrity of restorative materials. *Journal of Applied Oral Science*, 16(2), 106-110. doi:10.1590/s1678-77572008000200005
- Coelho, A., Canta, J. P., Martins, J. N., Oliveira, S. A., Marques, P. (2012). Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários—revisão da

- literatura. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*. 2012;53(1):39-46
- Colucci, V., Amaral, F. L., Palma-Dibb, R. G., & Corona, S. A. (2007). Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 19(6), 340-353. doi:10.1111/j.1708-8240.2007.00134.x
- De Munck, J., Van, B. M., Satoshi, I., Vargas, M., Yoshida, Y., Armstrong, S., ... & Vanherle, G. (2003). Microtensile bond strengths of one-and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *American Journal of Dentistry*, 16(6), 414-420.
- De Munck, J., Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Suzuki, K., ... & Vanherle, G. (2003). Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *Journal of dental research*, 82(2), 136-140. doi:10.1177/154405910308200212
- De Munck, J. D., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. (2005). A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *Journal of dental research*, 84(2), 118-132. doi:10.1177/154405910508400204
- De Munck, J., Mine, A., Van den Steen, P. E., Van Landuyt, K. L., Poitevin, A., Opdenakker, G., & Van Meerbeek, B. (2010). Enzymatic degradation of adhesive–dentin interfaces produced by mild self-etch adhesives. *European journal of oral sciences*, 118(5), 494-501. doi:10.1111/j.1600-0722.2010.00758.x
- Drobac, M., Stojanac, I., Ramic, B., Premovic, M., & Petrovic, L. (2015). Micromorphological characterization of adhesive interface of sound dentin and total-etch and self-etch adhesives. *Medicinski Pregled*, 68(1–2), 10–16. doi:10.2298/MPNS1502010D
- Feitosa, V. P., Pomacóndor-Hernández, C., Ogliari, F. A., Leal, F., Correr, A. B., & Sauro, S. (2014a). Chemical interaction of 10-MDP (methacryloyloxy-decyl-

- dihydrogen-phosphate) in zinc-doped self-etch adhesives. *Journal of dentistry*, 42(3), 359-365. doi:10.1016/j.jdent.2014.01.003
- Feitosa, V. P., Ogliari, F. A., Van Meerbeek, B., Watson, T. F., Yoshihara, K., Ogliari, A. O., ... & Sauro, S. (2014b). Can the hydrophilicity of functional monomers affect chemical interaction?. *Journal of dental research*, 93(2), 201-206. doi:10.1177/0022034513514587
- Feitosa, V. P., Sauro, S., Ogliari, F. A., Ogliari, A. O., Yoshihara, K., Zanchi, C. H., ... Van Meerbeek, B. (2014c). Impact of hydrophilicity and length of spacer chains on the bonding of functional monomers. *Dental Materials*, 30(12), e317–e323. doi:10.1016/j.dental.2014.06.006
- Fernandes, V. J., Oliani, M., Nogueira, L. J., & Silva, J. (2016). Analysis and Comparison of Different Bond Strength Tests. *JSM Dentistry*, 4(5). doi:10.4103/0972-0707.190012
- Frankenberger, R., & Tay, F. R. (2005). Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dental Materials*, 21(5), 397–412. doi:10.1016/j.dental.2004.07.005
- Fukegawa, D., Hayakawa, S., Yoshida, Y., Suzuki, K., Osaka, A., & Van Meerbeek, B. (2006). Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *Journal of dental research*, 85(10), 941-944. doi:10.1177/154405910608501014
- Gale, M., & Darvell, B. (1999). Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *Journal of Dentistry*, 27(2), 89–99. doi:10.1016/s0300-5712(98)00037-2
- Giannini, M., Makishi, P., Ayres, A. P. A., Vermelho, P. M., Fronza, B. M., Nikaido, T., & Tagami, J. (2015). Self-etch adhesive systems: a literature review. *Brazilian dental journal*, 26(1), 3-10. doi:10.1590/0103-6440201302442
- Hebling, J., Pashley, D. H., Tjäderhane, L., & Tay, F. R. (2005). Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. *Journal of dental research*, 84(8), 741-746. doi:10.1177/154405910508400811

- Heintze, S. D., Thunpithayakul, C., Armstrong, S. R., & Rousson, V. (2011). Correlation between microtensile bond strength data and clinical outcome of Class V restorations. *Dental Materials*, 27(2), 114-125. doi:10.1016/j.dental.2010.09.005
- Hosaka, K., Nishitani, Y., Tagami, J., Yoshiyama, M., Brackett, W. W., Agee, K. A., ... & Pashley, D. H. (2009). Durability of resin-dentin bonds to water-vs. ethanol-saturated dentin. *Journal of dental research*, 88(2), 146-151. doi:10.1177/0022034508328910
- Hoshika, S., Kameyama, A., Suyama, Y., De Munck, J., Sano, H. & Van Meerbeek, B. (2018). GPDM and 10-MDP-based Self-etch Adhesive Bonded to Bur-cut and Uncut Enamel - "Immediate" and "Aged" TBS. *J Adhes Dent*, 20(2), 113-120. doi: 10.3290/j.jad.a40307
- Ibrahim, I. M., Elkassas, D. W., & Yousry, M. M. (2010). Effect of EDTA and phosphoric acid pretreatment on the bonding effectiveness of self-etch adhesives to ground enamel. *European journal of dentistry*, 4(4), 418
- Imbery, T. A., Kennedy, M., Janus, C., & Moon, P. C. (2012). Evaluating EDTA as a substitute for phosphoric acid-etching of enamel and dentin. *General dentistry*, 60(2), e55-61
- Jang, J., Lee, M. G., Woo, S. U., Lee, C. O., Yi, J., & Kim, D. (2016). Comparative study of the dentin bond strength of a new universal adhesive. *Dental Materials Journal*, 35(4), 606–612. doi:10.4012/dmj.2015-422
- Kanca, J. (1992a). Improving bond strength through acid etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces. *The Journal of the American Dental Association*, 123(9), 35-43. doi:10.14219/jada.archive.1992.0248
- Kanca, J. (1992b). Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *American journal of dentistry*, 5(4), 213
- Karabekiroglu, S., Ünlü, N., FusunOzer, & Blatz, M. B. (2017). Influence of artificial aging on the bonding effectiveness of eight adhesives in class V cavities. *International Journal of Applied Dental Sciences*, 31-36

- Kim, E. C., Park, H., Lee, S. I., & Kim, S. Y. (2015). Effect of the Acidic Dental Resin Monomer 10-methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate on Odontoblastic Differentiation of Human Dental Pulp Cells. *Basic & clinical pharmacology & toxicology*, 117(5), 340-349. doi:10.1111/bcpt.12404
- Khoroushi, M., Rafizadeh, M., & Samimi, P. (2014). Bond strength of composite resin to enamel: Assessment of two ethanol wet-bonding techniques. *Journal of dentistry (Tehran, Iran)*, 11(2), 150
- Kunin, A. A., Evdokimova, A. Y., & Moiseeva, N. S. (2015). Age-related differences of tooth enamel morphochemistry in health and dental caries. *EPMA Journal*, 6(1), 3. doi:10.1186/s13167-014-0025-8
- Latta, M. A., Vargas, M. A., Carroll, L. R., & Armstrong, S. R. (2005). Microtensile bond strength of total-etch and self-etch adhesives to the enamel walls of Class V cavities. *American journal of dentistry*, 18(1), 37-40
- Langer, A., & Ilie, N. (2013). Dentin infiltration ability of different classes of adhesive systems. *Clinical oral investigations*, 17(1), 205-216. doi:10.1007/s00784-012-0694-4. doi:10.1007/s00784-012-0694-4
- Lopes, G. C., Baratieri, L. N., de Andrada, C., Mauro, A., & Vieira, L. C. C. (2002). Dental adhesion: Present state of the art and future perspectives. *Quintessence International*, 33(3)
- Mazzoni, A., Pashley, D. H., Nishitani, Y., Breschi, L., Mannello, F., Tjäderhane, L., & Tay, F. R. (2006). Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. *Biomaterials*, 27(25), 4470-4476. doi:10.1016/j.biomaterials.2006.01.040
- Matsui, N., Takagaki, T., Sadr, A., Ikeda, M., Ichinose, S., Nikaido, T., & Tagami, J. (2015). The role of MDP in a bonding resin of a two-step self-etching adhesive system. *Dental materials journal*, 2014-205. doi:10.4012/dmj.2014-205

- Mitsui, F. H. O., Peris, A. R., Cavalcanti, A. N., Marchi, G. M., & Pimenta, L. A. F. (2006). Influence of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strengths of total and self-etching adhesive systems. *Operative dentistry*, 31(2), 240–7
- Moszner, N., Salz, U., & Zimmermann, J. (2005). Chemical aspects of self-etching enamel–dentin adhesives: a systematic review. *Dental Materials*, 21(10), 895-910. doi:10.1016/j.dental.2005.05.001
- Muñoz, M. A., Luque, I., Hass, V., Reis, A., Loguercio, A. D., & Bombarda, N. H. C. (2013). Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *Journal of dentistry*, 41(5), 404-411. doi:10.1016/j.jdent.2013.03.001
- Navarra, C. O., Cadenaro, M., Armstrong, S. R., Jessop, J., Antonioli, F., Sergo, V., ... & Breschi, L. (2009). Degree of conversion of Filtek Silorane Adhesive System and Clearfil SE Bond within the hybrid and adhesive layer: an in situ Raman analysis. *dental materials*, 25(9), 1178-1185. doi:10.1016/j.dental.2009.05.009
- Nakabayashi, N., Kojima, K., & Masuhara, E. (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of Biomedical Materials Research*, 16(3), 265–273. doi:10.1002/jbm.820160307
- Nakaoki, Y., Nikaido, T., Pereira, P. N. R., Inokoshi, S., & Tagami, J. (2000). Dimensional changes of demineralized dentin treated with HEMA primers. *Dental Materials*, 16(6), 441-446.. doi:10.1016/s0109-5641(00)00042-7
- Nishitani, Y., Yoshiyama, M., Wadgaonkar, B., Breschi, L., Mannello, F., Mazzoni, A., ... & Pashley, D. H. (2006). Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. *European journal of oral sciences*, 114(2), 160-166. doi:10.1111/j.1600-0722.2006.00342.x
- Olivi G., Olivi M. (2015) Restorative Dentistry. In: Olivi G., Olivi M. (eds) Lasers in Restorative Dentistry. Springer, Berlin, Heidelberg. doi:10.1007/978-3-662-47317-7_2

- Osorio, R., Aguilera, F. S., Otero, P. R., Romero, M., Osorio, E., García-Godoy, F., & Toledano, M. (2010). Primary dentin etching time, bond strength and ultra-structure characterization of dentin surfaces. *Journal of dentistry*, 38(3), 222-231. doi:10.1016/j.jdent.2009.11.001
- Osorio, R., Yamauti, M., Osorio, E., Ruiz-Requena, M. E., Pashley, D., Tay, F., & Toledano, M. (2011). Effect of dentin etching and chlorhexidine application on metalloproteinase-mediated collagen degradation. *European journal of oral sciences*, 119(1), 79-85. doi:10.1111/j.1600-0722.2010.00789.x
- Pallesen, U., Opdam, N. J. M., Van De Sande, F. H., Bronkhorst, E., Cenci, M. S., Bottenberg, P., & Van Dijken, J. W. (2014). Longevity of posterior composite restorations: a systematic review and meta-analysis. *Journal of dental research*, 93(10), 943-949. doi:10.1177/0022034514544217
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Carvalho, R. M., Rueggeberg, F. A., Agee, K. A., Carrilho, M., & García-Godoy, F. (2007). From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *American Journal of Dentistry* 2007, 20:7-21
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental materials*, 27(1), 1-16. doi:10.1016/j.dental.2010.10.016
- Perdigão, J. (2002). Dentin bonding as a function of dentin structure. *Dental Clinics*, 46(2), 277-301
- Perdigão, J. (2007). New Developments in Dental Adhesion. *Dental Clinics of North America*, 51(2), 333–357. doi: 10.1016/j.cden.2007.01.001
- Perdigão, J., Sezinando, A., & Monteiro, P. (2012) Evaluation of a new universal adhesive using different bonding strategies. *J Dent Res*. 2012;91

- Perdigão, J., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2013). Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. *Journal of esthetic and restorative dentistry*, 25(4), 219-241. doi:10.1111/jerd.12016
- Perdigão, J., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2014). Universal or Multi-mode Adhesives: Why and How? *J Adhes Dent*, 16(2), 193-194. doi:10.3290/j.jad.a31871
- Perdigão, J., Swift, E. J., & Walter, R. (2014). Fundamental concepts of enamel and dentin adhesion. *Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry*, 114-140. Elsevier Health Sciences
- Peumans, M., Kanumilli, P., De Munck, J., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2005). Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dental materials*, 21(9), 864-881. doi:10.1016/j.dental.2005.02.003
- Roeder, L., Pereira, P. N. R., Yamamoto, T., Ilie, N., Armstrong, S., & Ferracane, J. (2011). Spotlight on bond strength testing—Unraveling the complexities. *Dental Materials*, 27(12), 1197–1203. doi:10.1016/j.dental.2011.08.396
- Raposo, L. H. A., Armstrong, S. R., Maia, R. R., Qian, F., Geraldini, S., & Soares, C. J. (2012). Effect of specimen gripping device, geometry and fixation method on microtensile bond strength, failure mode and stress distribution: Laboratory and finite element analyses. *Dental Materials*, 28(5), e50–e62. doi:10.1016/j.dental.2012.02.010
- Sarr, M., Kane, A., Vreven, J., Mine, A., Van Landuyt, K., Peumans, M., ... De Munck, J. (2010). Microtensile Bond Strength and Interfacial Characterization of 11 Contemporary Adhesives Bonded to Bur-cut Dentin. *Operative Dentistry*, 35(1), 94–104. doi:10.2341/09-076- L
- Sattabanasuk, V., Vachiramon, V., Qian, F., & Armstrong, S. R. (2007). Resin–dentin bond strength as related to different surface preparation methods. *Journal of Dentistry*, 35(6), 467-475. doi:10.1016/j.jdent.2007.01.002

- Sezinando, A., Perdigão, J., & Regalheiro, R. (2012). Dentin Bond Strengths of Four Adhesion Strategies after Thermal Fatigue and 6-Month Water Storage. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 24(5), 345–355. doi:10.1111/j.1708-8240.2012.00531.x
- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive - A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentaria E Cirurgia Maxilofacial*, 55(4), 194–206. doi:10.1016/j.rpemd.2014.07.004
- Sirisha, K., Rambabu, T., Ravishankar, Y., & Ravikumar, P. (2014). Validity of bond strength tests: A critical review-Part II. *Journal of conservative dentistry: JCD*, 17(5), 420. doi: 10.4103/0972-0707.139823
- Spencer, P., Ye, Q., Park, J., Topp, E. M., Misra, A., Marangos, O., ... & Eslick, J. (2010). Adhesive/dentin interface: the weak link in the composite restoration. *Annals of biomedical engineering*, 38(6), 1989-2003. doi:10.1007/s10439-010-9969-6
- Strobel, S., & Hellwig, E. (2015). The effects of matrix-metallo-proteinases and chlorhexidine on the adhesive bond. *Swiss dental journal*, 125(2), 134-145
- Talungchit S, Jessop JL, Cobb DS, Qian F, Geraldeli S, Pashley DH et al. Ethanol-wet bonding and chlorhexidine improve resin-dentin bond durability: quantitative analysis using raman spectroscopy. *J Adhes Dent* 2014;16(5):441-50
- Tjäderhane, L., Nascimento, F. D., Breschi, L., Mazzoni, A., Tersariol, I. L., Geraldeli, S., ... & Pashley, D. H. (2013). Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer—a review. *Dental Materials*, 29(10), 999-1011
- Toledano, M., Osorio, R., Osorio, E., Aguilera, F. S., Yamauti, M., Pashley, D. H., & Tay, F. (2007). Durability of resin–dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dental Materials*, 23(7), 885-892. doi:10.1016/j.dental.2006.06.030
- Turp, V., Sen, D., Tuncelli, B., & Özcan, M. (2013). Adhesion of 10-MDP containing resin cements to dentin with and without the etch-and-rinse technique. *The journal of advanced prosthodontics*, 5(3), 226-233. doi:10.4047/jap.2013.5.3.226

- Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., ... & Van Meerbeek, B. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28(26), 3757-3785. doi:10.1016/j.biomaterials.2007.04.044
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A. J. D. M. K. L. V. L., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental materials*, 27(1), 17-28. doi:10.1016/j.dental.2010.10.023
- Von Fraunhofer, J. A. (2012). Adhesion and cohesion. *International journal of dentistry*, 2012, 1-8. doi:10.1155/2012/951324
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., ... & Vanherle, G. (2003). Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative Dentistry-University Of Whashington*, 28(3), 215-235
- Wang, R., Shi, Y., Li, T., Pan, Y., Cui, Y., & Xia, W. (2017). Adhesive interfacial characteristics and the related bonding performance of four self-etching adhesives with different functional monomers applied to dentin. *Journal of Dentistry*, 62, 72–80. doi:10.1016/j.jdent.2017.05.010
- Yoshida, Y., Van Meerbeek, B., Nakayama, Y., Snauwaert, J., Hellemans, L., Lambrechts, P., & Wakasa, K. (2000). Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *Journal of Dental Research*, 79(2), 709-714. doi:10.1177/00220345000790020301
- Yoshida, Y., & Inoue, S. (2012). Chemical analyses in dental adhesive technology. *Japanese Dental Science Review*, 48(2), 141-152. doi:10.1016/j.jdsr.2012.03.001
- Yoshida, Y., Nagakane, K., Fukuda, R., Nakayama, Y., Okazaki, M., Shintani, H., & Van Meerbeek, B. (2004). Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *Journal of dental research*, 83(6), 454-458. doi:10.1177/154405910408300604
- Yoshihara, K., Nagaoka, N., Hayakawa, S., Okihara, T., Yoshida, Y., & Van Meerbeek, B. (2018). Chemical interaction of glycerophosphate dimethacrylate (GPDM) with

- hydroxyapatite and dentin. *Dental Materials*, 34(7), 1072–1081. doi:10.1016/j.dental.2018.04.003
- Zeidan, L. C., Reis, F., Cassoni, A., & Rodrigues, A. (2017). Effect of six month storage on microtensile bond strength of new elective etching adhesive system on dentin in self-etching or etch-and-rinse approach, 5–10. doi:10.1016/j.sjdr.2016.06.006
- Zhang, S. C., & Kern, M. (2009). The role of host-derived dentinal matrix metalloproteinases in reducing dentin bonding of resin adhesives. *International journal of oral science*, 1(4), 163-176. doi:10.4248/ijos.09044
- Zhou, J., Tan, J., Yang, X., Xu, X., Li, D., & Chen, L. (2011). MMP-inhibitory effect of chlorhexidine applied in a self-etching adhesive. *Journal of Adhesive Dentistry*, 13(2), 111. doi:10.3290/j.jad.a18783
- Zou, Y., Armstrong, S. R., & Jessop, J. L. (2008). Apparent conversion of adhesive resin in the hybrid layer, Part 1: Identification of an internal reference for Raman spectroscopy and the effects of water storage. *Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 86(4), 883-891. doi:10.1002/jbm.a.31684
- Zou, Y., Jessop, J. L., & Armstrong, S. R. (2009). Apparent conversion of adhesive resin in the hybrid layer, Part II: In situ studies of the resin-dentin bond. *Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 89(2), 355-362. doi:10.1002/jbm.a.31954

Anexo I

Comissão de Ética



Proc. Interno nº 698

Ex.ma Senhora

Catarina Raquel Borrego Régio Lopes

Monte de Caparica, 13 de fevereiro de 2019.

Ex.ma Senhora,

Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado "**Potencial desmineralizante de várias estratégias adesivas após 6 meses de envelhecimento em água destilada**", foi aprovado por unanimidade.

Com os melhores cumprimentos,

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz


Profª. Doutora Maria Fernanda de Mesquita

Anexo II



Clinica Dentária Universitária

**Declaração da Direção Clínica para cedência de dentes
do BDH para realização trabalho de projeto final do
MIND**

IDENTIFICAÇÃO DO ESTUDANTE: *Esterino Lopes*

TÍTULO DO TRABALHO: *"Potencial desmineralizante de várias estratégias
adesivas após 6 meses de envelhecimento em água destilada"*

Excelentíssima Professora Doutora Fernanda de Mesquita

O/A aluno/a Catarina Raquel Borrego Régio Lopes pode utilizar 15 dentes molares hígidos do Banco de dentes humanos (BDH) da Clínica Dentária Universitária Egas Moniz (CDUEM).

Aguardo a aprovação da Comissão Científica e da Comissão de Ética, para cedência dos dentes.

Esta autorização aplica-se somente aos dentes que tenham sido efectivamente doados ao BDH, respeitando todo o circuito aprovado e certificado pela Certificação da Qualidade da Egas Moniz.

Atenciosamente, com os melhores cumprimentos

Monte da Caparica,

01 de fevereiro de 2019

Direção Clínica

Anexo III



Clinica Dentária Universitária

Declaração da Direção Clínica

**Autorização para realização trabalho de projeto final
do MIMD na Clínica Dentária Universitária Egas Moniz**

IDENTIFICAÇÃO DO ESTUDANTE: CATARINA LOPES

TÍTULO DO TRABALHO:

" POTENCIAL desmineralizante de várias estratégias adesivas
após 6 meses de envelhecimento em água destilada."

Excelentíssima Professora Doutora Fernanda de Mesquita

A aluna Catarina Raquel Borrego Régio Lopes, pode utilizar a Clínica Dentária Universitária Egas Moniz (CDUEM), para realização da investigação "Potencial desmineralizante de várias estratégias adesivas após 6 meses de envelhecimento em água destilada"

Aguardo a aprovação da Comissão Científica e da Comissão de Ética, para cedência das instalações e dos doentes da clínica de acordo com o normal funcionamento da Clínica.

A consulta dos processos clínicos somente poderá ser efetuada na CDUEM, dentro de horário a estipular para cada projeto.

Atenciosamente, com os melhores cumprimentos

Monte da Caparica, 01 fevereiro de 2019

Direção Clínica